

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-134333

(43)Date of publication of application : 22.05.1998

(51)Int.Cl.

G11B 5/66  
H01F 10/16

(21)Application number : 09-196863

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 23.07.1997

(72)Inventor : YUZUSU KEIICHIROU  
KIKITSU SATORU  
ICHIHARA KATSUTARO  
OGIWARA HIDEO  
NAKAMURA FUTOSHI

(30)Priority

Priority number : 08197587

Priority date : 26.07.1996

Priority country : JP

08228564

29.08.1996

08232080

02.09.1996

JP

08234269

04.09.1996

JP

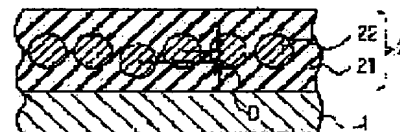
JP

(54) MAGNETIC RECORDER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a magnetic recording medium of extremely low noise by parting magnetic particles from this substrate by part of a nonmagnetic base material and forming substantially one layer parallel with the main surface of a substrate.

SOLUTION: The magnetic particles 22 are parted from the substrate 1 by part of the nonmagnetic base material 21 and do not come into contact with the substrate 1. The magnetic particles 22 are preferably larger in the average grain size in a perpendicular direction than the average grain size of a horizontal direction. The magnetic particles 22 form one layer substantially parallel with the main surface of the substrate 1. This fact evidences that the



displacement D (the difference in the heights between the centers of the magnetic particles 22) in the perpendicular direction of the magnetic particles 22 is below the average radius in the perpendicular direction of the magnetic particles 22. The arrangement of the nonmagnetic base material 21 between the substrate 1 and the magnetic particles 22 is executed by sputtering only the nonmagnetic base material in an initial time, then executing two-dimensional simultaneous sputtering at the time of executing the two-dimensional simultaneous sputtering by using, for example, a metallic material target and a nonmagnetic base material target.

---

#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 30.05.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 30.03.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-134333

(43) 公開日 平成10年(1998) 5月22日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

G 1 1 B 5/66

H 0 1 F 10/16

識別記号

F I

G 1 1 B 5/66

H 0 1 F 10/16

審査請求 未請求 請求項の数22 O L (全 24 頁)

(21) 出願番号 特願平9-196863

(22) 出願日 平成9年(1997) 7月23日

(31) 優先権主張番号 特願平8-197587

(32) 優先日 平8(1996) 7月26日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(31) 優先権主張番号 特願平8-228564

(32) 優先日 平8(1996) 8月29日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(31) 優先権主張番号 特願平8-232080

(32) 優先日 平8(1996) 9月2日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

(72) 発明者 柚須 圭一郎

神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株  
式会社東芝研究開発センター内

(72) 発明者 喜々津 哲

神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株  
式会社東芝研究開発センター内

(72) 発明者 市原 勝太郎

神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株  
式会社東芝研究開発センター内

(74) 代理人 弁理士 鈴江 武彦 (外6名)

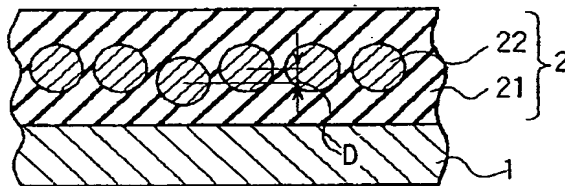
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気記録装置

(57) 【要約】

【課題】 分散型磁気記録媒体を備えた低ノイズの磁気記録装置を提供する。

【解決手段】 基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備した磁気記録装置であって、磁性粒子は、非磁性母材の一部によって基板から隔てられ、基板の主面に対して平行な実質的に1つの層を形成している。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、前記磁性粒子は、非磁性母材の一部によって基板から隔てられ、前記基板の主面に対して平行な実質的に1つの層を形成していることを特徴とする磁気記録装置。

【請求項2】 磁性粒子が非磁性母材中に埋設されていることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項3】 磁性粒子の上部が磁気記録層の表面に露出していることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項4】 磁性粒子の平均粒径が10nm以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項5】 磁性粒子は、垂直方向の平均粒径が水平方向の平均粒径よりも大きいことを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項6】 磁性粒子の垂直方向の変位または磁性粒子下端の高低差が4nm以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項7】 磁性粒子が、Co、Pt、Sm、Fe、Ni、Cr、Mn、BiおよびAlからなる群より選択される金属を含む合金からなることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項8】 非磁性母材が、一般式M-Gで表される材料からなる、where MはSi、Al、Zr、Ti、Ta、In、Sn、GeおよびBからなる群より選択される少なくとも1種、Gは酸素、窒素および炭素からなる群より選択される少なくとも1種であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項9】 非磁性母材が、カーボン、ホウ素およびゲルマニウムからなる群より選択されることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項10】 磁性粒子間の非磁性母材の中央部における磁性元素の含有率が20原子%以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項11】 磁気記録層の表面のOH基の濃度が $4 \times 10^{14}$  atom/cm<sup>2</sup>以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項12】 再生手段が磁気抵抗効果素子を含むことを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項13】 基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、前記磁性粒子は膜面に沿って偏平な形状を有し、隣接する磁性粒子間の交換相互作用が、垂直方向に比べて面内方向で小さいことを特徴とする磁気記録

装置。

【請求項14】 隣接する磁性粒子間の間隔が、垂直方向で2nm未満、面内方向で2～15nmであることを特徴とする請求項13記載の磁気記録装置。

【請求項15】 磁性粒子の短軸／長軸の長さの比が0.3～0.9であることを特徴とする請求項13記載の磁気記録装置。

【請求項16】 磁性粒子の短軸／長軸の長さの比が0.3～0.5であることを特徴とする請求項15記載の磁気記録装置。

【請求項17】 基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、磁性粒子が島状の磁性粒子を含み、その側面と基板面とのなす角が平均値で75°以下であることを特徴とする磁気記録装置。

【請求項18】 島状の磁性粒子の側面と基板面とのなす角が30～70°であることを特徴とする請求項17記載の磁気記録装置。

【請求項19】 島状の磁性粒子が、基板上に形成された下地層に接触して成長していることを特徴とする請求項17記載の磁気記録装置。

【請求項20】 下地層が、Cr、V、Ti、Pt、Pd、IrおよびZnOからなる群より選択される材料からなることを特徴とする請求項19記載の磁気記録装置。

【請求項21】 磁気記録層を構成する磁性金属粒子が、島状の磁性粒子とともに、非磁性母材により島状の磁性粒子から分離された偏平な形状の磁性粒子を含むことを特徴とする請求項17記載の磁気記録装置。

【請求項22】 偏平な磁性粒子は、面内方向の直径が5～10nmであることを特徴とする請求項21記載の磁気記録装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は分散型磁気記録媒体を用いた磁気記録装置に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、コンピュータの高性能化、画像・音声情報のデジタル化・高画質化に伴い、記憶情報量が増大している。また、小型コンピュータの普及に伴い記憶装置の小型化が進んでいる。この結果、特にハードディスク用途において、より高密度の記録／再生能力が要求されるようになってきている。

【0003】ハードディスクなどの磁気記録媒体の高記録密度を実現するためには、高い保磁力を有する磁気記録層が必要である。例えば、CoNiCr、CoCrM(M=Ta, Pt)などのCo系合金からなる磁性薄膜は、大きな結晶磁気異方性により高い保磁力を有する。

しかし、これらの磁性薄膜は、媒体ノイズが大きいという欠点を有する。媒体ノイズは磁性薄膜が安定磁区を形成したときに結晶粒子間に働く強い磁氣的相互作用に起因している。一方、再生ヘッドとしては、磁気抵抗効果ヘッド(MRヘッド)やスピンバルブのような巨大磁気抵抗効果ヘッド(GMRヘッド)が、高感度であることから使用されるようになってきている。このような高感度の再生ヘッドを用いればシステムノイズは低減する。その反面、磁気記録媒体の媒体ノイズの影響がより顕著になる。したがって、媒体ノイズを減少することがますます重要になってきている。

【0004】媒体ノイズを低減するために、非磁性母材中に磁性金属粒子を分散させた分散型磁気記録媒体の使用が検討されている。分散型磁気記録媒体では、磁性粒子間に存在する非磁性母材により磁性粒子間の交換相互作用が低減するため、媒体ノイズの低減が期待されている。しかし、分散型磁気記録媒体でも、いまだ媒体ノイズの低減に対する要求は高く、より一層の改善が求められている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、分散型磁気記録媒体を備えた低ノイズの磁気記録装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の磁気記録装置は、基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、前記磁性粒子は、非磁性母材の一部によって基板から隔てられ、基板の主面に対して平行な実質的に1つの層を形成している。

【0007】本発明の他の磁気記録装置は、基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、前記磁性粒子は膜面に沿って扁平な形状を有し、隣接する磁性粒子間の交換相互作用が、垂直方向に比べて面内方向で小さくなっている。

【0008】本発明のさらに他の磁気記録装置は、基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、前記磁性粒子は、島状の磁性粒子を含み、その側面と基板主面とのなす角が平均値で75°以下である。

【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明をより詳細に説明する。

【0010】図1に、本発明に係る磁気記録装置、いわゆるハードディスクドライブの概略を示す。磁気ディスク100はスピンドルモータ101により回転可能に支持されている。また、記録/再生手段として、アーム102先端に磁気ヘッド103が固定されている。再生磁気ヘッドは、高感度の磁気抵抗効果素子を含むものを用いることが好ましい。磁気ディスク100を回転させるとともに、アーム102および磁気ヘッド103を磁気ディスク100の径方向へ移動させることにより、磁気ディスク100上の所定の位置において記録/再生を行う。なお、用途によっては、磁気記録媒体の形状は、ディスク以外にも、テープ状、ドラムなど各種の形状が考えられる。

【0011】本発明における磁気記録媒体は、基板上に磁気記録層を形成した構造を有する。基板としてはガラス、セラミックス、金属、樹脂など各種の材料からなるものを用いることができる。必要に応じて、表面にCrなどからなる下地層を設けた基板を用いてもよい。磁気記録層の膜厚は40nm以下、さらに超高密度で記録するためには20nm以下であることが好ましい。

【0012】本発明の磁気記録媒体を構成する磁気記録層は、非磁性母材中に磁性粒子を分散させた構造を有する。このような磁気記録層は、磁性粒子と非磁性母材との複合材料とみなすことができる。この磁気記録層を複合材料のコネクティビティの定義に従って表現すれば、非磁性母材が3次元に広がり、磁性粒子が2次元または1次元の結合状態になっていることから、いわゆる「3-1結合」または「3-2結合」である。

【0013】本発明において、磁性粒子を構成する材料は、Co、Pt、Sm、Fe、Ni、Cr、Mn、BiおよびAlからなる群より選択される金属を含む合金であることが好ましい。これらの合金に、磁気特性を向上させるための添加物、例えば、Cr、Nb、V、Ta、Ti、W、Hf、In、Si、Bなどの元素、またはこれらの元素と酸素、窒素、炭素、水素の中から選ばれる少なくとも1つの元素との化合物を添加してもよい。磁性粒子は、飽和磁化Isが大きく、かつ磁気異方性が大きいものが望ましい。特にCoPt、SmCo、CoCr、CoPtCr、CoTaCr、CoTaPt、CoNiTa、CoPtなどのCo系合金が好ましい。また、MnBi、MnAlなどのMn系合金も好ましい。

【0014】本発明において、非磁性母材は垂直方向および面内方向に連続するネットワーク状をなし、磁性粒子間の磁氣的相互作用を分断する作用を有する。磁性粒子間の磁氣的カップリングを抑制するために、非磁性母材は絶縁体または多少の導電性があっても高抵抗の材料が好ましい。非磁性母材としては、一般式M-Gで表される酸化物、窒化物、炭化物を用いることができる。ここで、MはSi、Al、Zr、Ti、Ta、Sn、In、GeおよびBからなる群より選択される少なくとも

1種、Gは酸素、窒素および炭素からなる群より選択される少なくとも1種である。具体的には、Si-O、Al-O、Zr-O、Ti-O、Ta-O、Sn-O、In-O、Ge-O、Si-N、Al-N、Zr-N、Ti-N、B-N、Si-C、Ti-C、B-C、SiAl-ON、Si-ON、AlTi-OC、InSn-Oなどが好ましい。炭素の同素体、具体的にはダイヤモンド、アモルファスカーボン、ダイヤモンドライクカーボンなどを用いてもよい。ホウ素またはゲルマニウムの単体を用いてもよい。ポリテトラフルオロエチレンなどの有機物を用いてもよい。

【0015】また、非磁性母材は磁気記録層全体の機械的強度を向上させる作用を有する。機械的強度の目安として硬度を考えた場合、硬度が高いほど磁気ヘッドとの接触による磁気記録層の損傷が小さくなると考えられる。このような観点から、非磁性母材の材料は、バルクで高い硬度を有するものが望ましい。一般的に、バルクで硬い材料は薄膜化しても十分な硬度を保つ。これらの非磁性母材を構成する材料のバルクにおける硬度は、バルクSiO<sub>2</sub>が有する2GPaというビッカース硬度と同程度またはそれ以上であることが好ましい。非磁性母材の硬度を向上させて耐摩耗性を向上させるために、母材中に他の非磁性元素を添加してもよい。この場合、添加元素は、母材と固溶していてもよいし、母材と相分離した状態であってもよく、母材中に微粒子として存在していてもよい。

【0016】磁性粒子と非磁性母材との間に界面相が存在してもよい。このような界面相は、磁性粒子と非磁性母材とを効率よく結合させ、構成元素の相互拡散を防ぐ作用を有する。界面相は、磁性粒子または非磁性母材の少なくとも一方を構成する元素を主成分とするものでもよい。このような界面相は、磁性粒子と非磁性母材とを機械的に強固に結合させるという点で好ましい。界面相は、磁性粒子および非磁性母材を構成する元素をほとんど含まないものでもよい。このような界面相は、磁性粒子と非磁性母材とを磁気的に完全に分離するという点で好ましい。

【0017】本発明の磁気記録層は、例えばスパッタリングや真空蒸着により、磁性材料および非磁性材料を基板上に堆積させることにより形成することができる。具体的には、磁性金属ターゲットと非磁性母材ターゲットを用いて、不活性ガス雰囲気中で同時スパッタまたは交互スパッタを行うことにより、分散型磁気記録層を成膜することができる。この場合、別個のターゲットを用いてもよいし、複合ターゲットを用いてもよい。また、不活性ガス中に、酸素、窒素などを混合してもよい。このような方法において、ターゲットへの投入電力、到達圧力、スパッタリング圧力、反応性ガス種、成膜速度、バイアス電力、添加元素の種類などのプロセスパラメータを選択または制御することにより、磁性粒子の結晶構

造、結晶配向性、サイズ、分布を制御することができる。

【0018】まず、本発明の第1の態様の磁気記録装置に用いられる磁気記録媒体について説明する。この磁気記録媒体では、磁性粒子が非磁性母材の一部によって基板から隔てられ、基板の主面に対して平行な実質的に1つの層を形成している。

【0019】図2に、この磁気記録媒体の断面図を示す。基板1上に磁気記録層2が形成されており、磁気記録層2は非磁性母材21と磁性粒子22からなっている。磁性粒子22は非磁性母材21の一部によって基板1から隔てられ、基板1に接していない。磁性粒子の平均粒径は10nm以下、さらには7~10nm程度であることが望ましい。磁性粒子は、垂直方向の平均粒径が水平方向の平均粒径よりも大きいことが望ましい。また、磁性粒子22は基板1の主面に対して実質的に平行な1つの層を形成している。このことは、図2に示す磁性粒子22の垂直方向の変位D（磁性粒子22の中心の高低差）が、磁性粒子22の垂直方向の平均半径以下であることを意味する。垂直方向の変位Dは4nm以下が好ましく、2nm以下がより好ましい。

【0020】図2に示すように、基板1と磁性粒子22との間に非磁性母材21を配置するには、以下のような方法を用いることができる。例えば、金属材料ターゲットと非磁性母材ターゲットを用いて二元同時スパッタする際に、初期に非磁性母材のみをスパッタして、その後二元同時スパッタを行う方法がある。また、金属材料ターゲットと非磁性母材ターゲットを用いて二元交互スパッタする際に、非磁性母材のスパッタから開始する方法がある。さらに、成膜中に基板バイアスを印加するかまたは基板を加熱して、磁性粒子の粒成長を促進してもよい。

【0021】なお、図2に示すように基板1に接していない磁性粒子22のみを含む磁気記録層2を形成することは困難であることが多い。現実的には、図3に示すように、磁気記録層2が、基板1に接していない磁性粒子22のほか、基板1に接している磁性粒子22をある程度含むことは許容される。

【0022】また、記録層2の表面近傍に、超常磁性を示す磁性超微粒子が存在していてもよい。超常磁性微粒子は磁化反転（保磁力H<sub>c</sub>、残留磁化M<sub>r</sub>）には直接関与しないが、飽和磁化M<sub>s</sub>の増大に寄与する。

【0023】図2では磁性粒子22は非磁性母材21中に完全に埋設され、磁気記録層2の表面に露出していない。この場合、非磁性母材21が保護膜の役割を果たすこともできる。ただし、磁性粒子22は非磁性母材21中に必ずしも完全に埋設されている必要はない。

【0024】例えば図4および図5に示すように、磁性粒子22が磁気記録層2の表面に露出していてもよい。図4は、楕円球状の磁性粒子22の上部が記録層2の表

面に露出している場合を示す。図5は、円柱状の磁性粒子22の上部が記録層2の表面に露出している場合を示す。これらの図に示されるように、垂直方向の磁性粒子の断面形状がU字状である場合、図2に示した垂直方向の磁性粒子22の変位Dの代わりに、磁性粒子22の下端の高低差Dを用いる。すなわち、磁性粒子22の下端の高低差Dは、柱状粒子の下端部の平均半径または平均曲率半径より小さいことが好ましい。具体的には、高低差Dは4nm以下が好ましく、さらには2nm以下がより好ましい。

【0025】なお、図4および図5の場合にも、基板1に接していない楕円球状または円柱状の磁性粒子22のみを含む磁気記録層2を形成することは困難であることが多い。現実的には、図6に示すように、磁気記録層2が、基板1に接していない磁性粒子22のほか、基板1に接している磁性粒子22をある程度含むことは許容される。

【0026】記録層2中の磁性粒子22の面内方向の分布は均一であることが望ましい。すなわち、磁性粒子間の間隔の偏差が、磁性粒子の面内方向の平均粒径（直

径）以下であることが好ましい。

【0027】本発明の磁気記録媒体では、磁性粒子は基板の主面に対して平行な実質的に1つの層を形成しており、非常に分散の均一性が高い。また、本発明の磁気記録媒体では、基板に接していない磁性粒子が多いため、金属下地層（または導電性基板）に接触している磁性粒子間の、伝導電子を介しての磁気的カップリングが生じにくい。このため、本発明の分散型磁気記録媒体は、従来のように粒径の偏差が大きい磁性粒子が非磁性母材中でランダムに分散しているものと比較して、媒体ノイズ

を低減でき、オーバーライト特性を向上できる。

【0028】次に、本発明の第2の態様の磁気記録装置に用いられる磁気記録媒体について説明する。この磁気記録媒体では、磁性粒子が膜面に沿って偏平な形状を有し、隣接する磁性粒子間の交換相互作用が、垂直方向に比べて面内方向で小さい。

【0029】図7に、この磁気記録媒体の断面TEM像の模式図を示す。図7に示すように、基板1上に磁気記録層2が形成されている。この磁気記録層2は非磁性母材21中に、膜面に沿って偏平な形状を有する磁性粒子22を分散させた構造を有する。磁性粒子は面内方向に平行な長軸を有する回転楕円体またはこれに類似した形状であることが好ましい。

【0030】回転楕円体形状の磁性粒子の長軸が回転軸である場合、膜面に現れる粒子形状は楕円形になる。この場合、磁性粒子の長軸は磁気ディスクの円周方向に平行であることが好ましい。磁性粒子の方向は、磁場中成膜などによって制御できる。磁性粒子の短軸／長軸比は0.3～0.9であることが好ましく、0.3～0.5であることがより好ましい。

【0031】本発明の磁気記録媒体は、磁性粒子が膜面に沿って偏平な粒子形状を有し、面内方向に大きな形状磁気異方性および結晶磁気異方性を示すので、面内方向に記録された磁化情報を安定に保持することができる。したがって、高密度の長手記録を実現できる。また、結晶磁気異方性と形状磁気異方性とは起源が異なるので、両者を独立に制御することが容易である。

【0032】本発明においては、隣接する磁性粒子間の交換相互作用が、垂直方向に比べて面内方向で小さくなっている。すなわち、磁性粒子間の面内方向の磁気的相互作用だけを分断し、垂直方向には適度な磁気的相互作用を持たせる。このような磁性粒子の分散状態では、記録ビット間の磁化転移領域を減少させることができ、媒体ノイズを低減できる。しかも、垂直方向では磁性粒子間に磁気的相互作用が働いて磁気クラスターの一齐回転が促進されるため、オーバーライト記録時の消し残りも解消される。

【0033】上述した磁性粒子の分散状態は、垂直方向および面内方向の磁性粒子間の平均間隔によって規定することができる。本発明においては、最近接粒子間の間隔の平均値が、垂直方向で0.5～2nm、さらに0.5～1nm、面内方向で2nm以上、さらに3～15nmであることが好ましい。

【0034】垂直方向の最近接粒子間の間隔D<sub>v</sub>は、磁気記録層の縦断面を走査型電子顕微鏡（SEM）または透過型電子顕微鏡（TEM）で観察することにより求めることができる。TEM観察に供する試料は、イオンミリングなどの物理的エッチングや化学的エッチングにより研磨して、観察部位の厚さを10nm以下さらに1nm以下とすることが好ましい。このような研磨すれば、試料の厚み方向に2個以上の磁性粒子が重複して存在することがないため、垂直方向の平均粒子間隔を正確に測定することができる。

【0035】垂直方向の最近接粒子間の間隔は、垂直方向に沿って隣り合う任意の1組の粒子にそれぞれ水平方向に接線（図7において破線で表示）を引いたとき、両方の接線の間隔で定義できる。統計学的に信頼性が得られるだけの個数を測定し、その平均値を求める。

【0036】面内方向の最近接粒子間の間隔D<sub>h</sub>も上記と同様に、SEMやTEMなどで観察することにより求めることができる。図8に回転楕円体粒子の回転軸が短軸（垂直方向）である場合の平面TEM像の模式図を示す。面内方向の最近接粒子間の間隔は、観察面内で隣り合う任意に1組の粒子の中心を結んだときの、粒子間の間隔で定義できる。また、回転楕円体粒子の回転軸が長軸（面内方向）である場合には、表面に現れる粒子の形状は楕円になる。図9に示すように、この場合も、面内方向の最近接粒子間の間隔は、観察面内で隣り合う任意の1組の粒子の中心を結んだときの、粒子間の間隔で定義できる。統計学的に信頼性が得られるだけの個数を測

定し、その平均値を求める。

【0037】次に、本発明の第3の態様の磁気記録装置に用いられる磁気記録媒体について説明する。この磁気記録媒体では、磁性粒子が島状の磁性粒子を含み、その側面と基板主面とのなす角が平均値で $75^\circ$ 以下である。

【0038】このような磁気記録層における磁性粒子の分散状態の一例を図10に示す。図10において、基板1上には下地層3が形成され、その上に磁気記録層2が形成されている。この磁気記録層2は、非磁性母材21中に基板面に対して斜面を有する島状の磁性粒子22aが分散した構造を有する。これらの磁性粒子22aは下地層3上に直接成長している。

【0039】この図では、磁性粒子22aの形状が円錐状または円錐台状であるが、半球状やドーム状の場合もあり得る。この図では隣接する磁性粒子22aの底部が分離しているが、部分的につながっている場合もあり得る。島状の磁性粒子22aの高さは $20\text{nm}$ 以下、底面の直径は $20\text{nm}$ 以下であることが好ましい。

【0040】磁性粒子22aの側面と基板面とのなす角（図中 $\phi$ で表示）は平均値で $75^\circ$ 以下である。なお、この角度は平均値であり、その最大値は $85^\circ$ 程度であってもよい。この角度は $30\sim 70^\circ$ 以上であることが好ましく、さらに $45\sim 70^\circ$ であることが好ましい。

【0041】図10に示したような島状の磁性粒子22aを成長させるためには、ある特定の結晶方位を持つ下地層3を設けることが有効である。このような結晶質の下地層を形成するのに好適な材料としては、Cr、V、Ti、Pt、Pd、Ir、ZnOが挙げられる。下地層は、島状の磁性粒子を成長させるのに適した表面エネルギーを有していれば、非晶質でもよい。このような非晶質の下地層を形成するのに好適な材料としては、CoZrNb、NiNb、Sb、Ge、Cが挙げられる。これらの材料からなる下地層を任意の基板上に $200\text{nm}$ 以下の厚さで形成することにより、島状の磁性粒子を成長させることが容易になる。下地層を設けない場合でも、成膜条件を最適化することにより、基板上に島状の磁性粒子を成長させることができる。

【0042】また、基板に対して斜面を有する島状の磁性粒子とともに、非磁性母材により島状の磁性粒子から分離された偏平な形状の磁性粒子が含まれていてもよい。このような磁気記録層における磁性粒子の分散状態の一例を図11に示す。図11に示すように、非磁性母材21中に島状の磁性粒子22aとともに偏平な形状の磁性粒子22bが存在する。偏平な磁性粒子22bの形状は特に限定されないが、典型的には回転楕円体である。偏平な磁性粒子22bの大きさは、面内方向の直径が $5\sim 15\text{nm}$ 、さらに $5\sim 10\text{nm}$ であることが好ましい。また、島状の磁性粒子22aと偏平な磁性粒子22bとは、非磁性母材21によって $1\text{nm}$ 以上、さらに

$2\text{nm}$ 以上分離されていることが好ましい。

【0043】このような磁気記録媒体は、島状の磁性粒子を含んでいるので、従来の柱状磁性粒子の場合と比較して、磁性粒子間の体積が実効的に増加する。このため、磁性粒子間の磁氣的相互作用を低減して媒体ノイズを低減することができる。このような効果は、島状の磁性粒子の側面と基板面とのなす角が平均値で $75^\circ$ 以下である場合に得られる。また、島状の磁性粒子は、柱状磁性粒子と比較して、面内方向の形状磁気異方性エネルギーが大きいため、特に長手記録における高保磁力化が可能になる。島状の磁性粒子は、球状磁性粒子と比較して、結晶性が良好であるので結晶磁気異方性の点でも有利になる。特に、結晶質の下地層を設けた場合には、島状の磁性粒子の結晶性が向上するため、結晶磁気異方性の点でさらに有利になる。

【0044】本発明においては、磁性粒子間の非磁性母材の中央部における磁性金属元素の含有率が $20\text{原子}\%$ 以下であることが好ましい。磁性粒子の中央部における非磁性母材の構成元素の含有率は特に限定されない。

【0045】まず、磁性粒子および非磁性母材の中央部の定義について説明する。図12に、磁性粒子がCoPt、非磁性母材がSi-Oからなる磁気記録層の平面TEM像の一例を示す。図において、21は主にSi-Oからなる非磁性母材、22は主にCoPtからなる磁性粒子を示す。これらの部分は、平面TEM像において、結晶格子や像のコントラストが不連続に変化していることから、明確に区別できる。図13に、図12のAで示した線分上のSiとCoの組成分布を示す。この微細な組成分析は、エネルギー解析によって図12の像と同時に得ることができる。図13には図12から判断される磁性粒子22と非磁性母材21との境界を破線で示している。非磁性母材および磁性粒子の中央部分とは、それぞれ図13の領域21および領域22の中央部 $80\%$ の領域のことをいう。線分Aの選び方によるばらつきを除外するため、上記の分析は複数回行ってその平均値をとる。

【0046】図14に、図12と同様の組成を有する磁性粒子と非磁性母材の間に、界面相が存在している場合の平面TEM像の例を示す。21は主にSi-Oからなる非磁性母材、22は主にCoPtからなる磁性粒子、23はアモルファスCo-Oからなる界面相である。図12の場合と同様に、これらの部分は平面TEM上で明確に区別できる。また、図15は、図14の線分B上の組成分析結果を示す。図15においても、非磁性母材および磁性粒子の中央部とは、それぞれ領域21および領域22の中央部 $80\%$ の領域のことをいう。

【0047】本発明の磁気記録媒体は、磁性粒子と非磁性母材とが分離して混在した構造を持つ。微視的な観点からは、薄膜形成時または薄膜形成後に双方を構成する原子の拡散が起こり得るので、原子レベルで完全に磁性



粒子と非磁性母材とが分離された分散膜を形成することは不可能である。

【0048】非磁性母材によって磁性粒子間の磁気的相互作用を分断する効果を得るためには、非磁性母材の中央部において磁性粒子の構成元素の含有率が20原子%以下であることが好ましい。

【0049】図16に図12の例における非磁性母材の中央部のCo量に対する交換相互作用の減衰量を示す。この図では、2つの磁性粒子間に存在する非磁性母材中のCo量が0%の場合の交換相互作用の減衰量を1としている。非磁性母材中のCo量が5、10、20原子%のときに、減衰量はそれぞれ0.99、0.97、0.95であり、50原子%になるとほとんど減衰しなくなることがわかる。このことから、非磁性母材中央部での磁性元素の許容濃度は、20原子%以下、好ましくは10%以下、より好ましくは5%以下である。

【0050】一方、磁性粒子中央部における非磁性母材の構成元素の含有率は特に制限されず、約50%以下であればよい。

【0051】図17(a)および(b)は、図12の例における磁性粒子の中央部におけるSi量およびO量に対する異方性磁界(Hk)の変化を示している。これらの図では、磁性粒子の中央部におけるSi量またはO量がゼロの場合の異方性磁界を1としている。まず、Si量が10原子%まではHkは減少傾向にあるが、約20~53原子%の範囲ではHkは1に近い値を示し、60原子%になるとHkは急激に減少する。また、O量に対するHkの変化も上記と同様の傾向を示す。なお、Hkは、O量が20原子%を超える領域では、O量が0%の場合よりも大きくなっている。このHkの増加により記録層全体のマクロな保磁力が増加し、より高密度の記録が可能となる。また、熱に対する安定性が向上し、記録の保持特性が向上する。したがって、磁性粒子中央部での非磁性母材の構成元素の濃度は、25%~53%が好ましく、30~45%がより好ましい。

【0052】磁性粒子中央部での非磁性母材の構成元素の濃度に対して、Hkが上記のように変化するのは、以下のような理由による。非磁性母材中に磁性粒子が交換相互作用が及ばないほどに分散して存在している場合、磁性粒子は母材からの応力を受ける結果、同じ組成のバルクのものから格子間隔がずれている。例えば、バルクのCo-Pt合金は、Co、Pt組成の場合にもっとも大きな磁気異方性エネルギーを持つ。しかし、分散型磁気記録層では、磁性粒子がCo、Pt組成を持つとしても、格子間隔がずれるため、バルクと同等の磁気異方性エネルギーを得ることができない。ところが、磁性粒子内に非磁性母材の構成元素が混入すると、その元素の周りに歪みが集中し、結果として磁性粒子の格子間隔がバルクのそれに近づき、磁気異方性エネルギーが大きくなる。また、磁性粒子と母材との組み合わせによっては、

磁性粒子中に非磁性母材の構成元素が混入することにより磁性粒子が歪んで歪み誘起磁気異方性が生じ、バルク以上の磁気異方性エネルギーが得られる場合もある。

【0053】次に、本発明における磁気記録媒体を用いて高密度記録を実現するために、磁気記録層が満たすべきその他の条件について説明する。以下においては、磁気記録層の物性のうち、充填率、電気抵抗率、および記録層全体の磁気特性について説明する。

【0054】(1) 充填率

10 非磁性母材中における磁性粒子の充填率は磁気記録層の硬度、磁気特性などに重要な影響を及ぼす。いま、磁性粒子が円柱形状であり、底面から見た粒子の配列がhcpであると仮定すると、充填率pは粒子の半径aおよび粒子間の間隔bを用いて、 $p = 2\pi a^2 / (3^{1/2} \cdot (2a + b)^2)$  で表される。現在用いられている典型的な磁性薄膜中の結晶粒径は40nmであり、粒子間の交換相互作用を分断するために要する距離は少なくとも約1nmであることが知られている。これらの値を代入して計算すると、充填率pは0.7以下となる。より完全

20 完全に交換相互作用を分断して媒体ノイズを低減するためには、充填率の値は0.5以下であることが好ましい。磁性粒子の底面から見た配列が、hcpではなくfccであっても、同様の計算により、充填率の値が0.7以下で磁性粒子の交換相互作用を有効に分断できる。ただし、充填率の最適値はハードディスクドライブの仕様によって決定される。

【0055】なお、磁気記録層の垂直方向に沿って充填率を変化させることにより、種々の特性を改善することもできる。

30 【0056】例えば、磁気記録層の垂直方向に沿って充填率の高い部分と低い部分とが交互に現れるようにすると、内部応力を分散させることができる。磁気記録層の内部応力が緩和されると、基板に対する磁気記録層の密着性が向上するので磁気記録媒体の耐久性が向上し、バーストノイズの原因となる欠陥を減少させることもできる。なお、このような充填率の変化のさせ方は一例であって、磁気記録層の成膜条件によって内部応力の値は異なるので、それぞれの場合によって適切な変化を与えればよい。

40 【0057】また、基板面から記録層表面に向かって充填率が低くなるようにすると、非磁性母材の割合が増え、磁気記録媒体の表面の硬度が向上するなどの効果により、ヘッドクラッシュなどに対する磁気記録媒体の耐久性をより向上させることができる。この場合、ヘッドを接触させて記録・再生を行っても十分な耐久性を有するので、高密度記録が可能になる。

50 【0058】逆に、基板面から記録層表面に向かって充填率が増加するようにすると、磁気記録層の表面における磁化が大きくなるため、再生出力を大きくすることができる。また、基板と非磁性母材とが類似した材料から

なり、両者の熱膨張係数などが類似している場合には、基板と磁気記録層との密着性を向上させることができる。

【0059】さらに、磁気記録層と磁気ヘッドとを接触させて記録する場合には、磁気記録層の表面における硬度および絶縁性が高いことがより重要になってくる。したがって、磁気記録層の表面における磁性粒子の割合も重要なパラメータの1つである。磁気記録層の表面における(磁性粒子の面積)/(非磁性母材の面積)の値は、磁性粒子の充填率と同様に、0.7以下、さらには0.5以下であることが好ましい。

#### 【0060】(2) 電気抵抗率

磁気記録層の電気抵抗率は、磁性粒子の充填率、または非磁性母材中の添加元素によって、制御することができる。

【0061】磁気記録層の電気抵抗率が $1\Omega\cdot\text{cm}$ 以上であれば、ヘッドの導体部分に比べて十分に絶縁体とみなすことができ、ヘッドが磁気記録層に接触したときの電流リークによるヘッドの破壊を防ぐことができる。MRヘッドのようにヘッドの導体部分が微細化されている場合には、その微細部分での抵抗が増加するので、磁気記録層の電気抵抗率は $10^5\Omega\cdot\text{cm}$ 以上であることが好ましい。さらに、完全な絶縁性を保つためには、電気抵抗率は $10^{10}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上であることが好ましい。

【0062】一方、ガラスディスク上に磁気記録層が形成された媒体を高速に回転させると、大気との摩擦によってディスク上に電荷が発生する。ディスク上にたまった電荷が磁気ヘッドへ放電するとヘッド素子が破壊される可能性がある。電荷量が少ない場合でも、磁気ヘッドの導体部分の断面積が小さいと電流密度が増加する。このため、素子の集積化が高まるにつれて、ヘッド素子の破壊が問題となってくる。この問題に対しては、媒体はある程度の導電性を有することが好ましい。ただし、媒体が導体であると、ヘッド素子からの電流リークが発生する。したがって、電気抵抗率は $10^{-4}$ 以上 $10^5\Omega\cdot\text{cm}$ 以下であることが好ましい。

【0063】 $10^{-4}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上の電気抵抗率を持つ母材材料としてはインジウム錫酸化物(ITO)がある。また、 $10^{-2}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上の電気抵抗率を持つ母材材料としては、Ti-N、Ta-N、Ti-Cなどの遷移金属の窒化物がある。それ以上の電気抵抗率を持つものは、通常の絶縁材料、例えばSi-O、Al-N、B-Nなどを用いればよい。

【0064】ただし、磁気記録層の絶縁性と電気伝導性のバランスは、用いるヘッドやディスクドライブなどのシステム構成によって決定される。

【0065】磁気記録層の電気抵抗率の要求仕様は、スピンドルとヘッドのいかなる導体部分との間においても満たされるのが好ましい。したがって、ヘッドを媒体に接触させた状態で、スピンドルとヘッドの複数箇所との

間で電気抵抗率を測定して評価する。

#### 【0066】(3) 磁気記録層全体の磁気特性

磁気記録層の保磁力 $H_c$ は、 $1\text{Gb/in}^2$ 以上の高密度記録を可能にするためには $2\text{kOe}$ 以上、 $10\text{Gb/in}^2$ 級の超高記録密度を達成するためには $3\text{kOe}$ 以上であることが好ましい。磁気記録層の $H_c$ は、記録ヘッドの飽和磁束密度 $B_s$ と密接に関係する。図18に、磁気記録層の保磁力 $H_c$ と磁化転移幅との関係を、ヘッド磁極の $B_s$ をパラメータとして示す。この図は、記録トラック幅 $3\mu\text{m}$ 、ギャップ長 $0.25\mu\text{m}$ 、スペーシング $0.06\mu\text{m}$ として、計算機でシミュレーションした結果である。各曲線の極小点が、各 $B_s$ 値を有するヘッドで記録できる最小の磁区幅、すなわち最高の記録密度を達成できる条件となる。したがって、各曲線の極小点での $H_c$ が、最高の記録密度を達成するのに必要な $H_c$ となる。 $H_c$ の値は、 $B_s=0.8\text{T}$ で $2200\text{Oe}$ 、 $B_s=1.0\text{T}$ で $2800\text{Oe}$ 、 $B_s=1.2\text{T}$ で $3500\text{Oe}$ 、 $B_s=1.6\text{T}$ で $4500\text{Oe}$ となる。この結果から、磁気記録媒体の $H_c$ は、CGS単位系でヘッドの $B_s$ の $1/2$ 以下、さらには $1/4$ 以下であることがより好ましい。

【0067】さらに、本発明の磁気記録媒体を用いて高密度記録を実現するために、磁性粒子自体が満たすべき種々の物性について検討する。

#### 【0068】(a) 磁性粒子の体積

一般に磁性体が非常に小さくなると、熱ゆらぎによって、磁化を一定の向きに揃えておくことができなくなることが知られている。磁気異方性エネルギー $K_u$ を持つ体積 $v$ の磁性体の熱ゆらぎによる磁化 $I$ の時間変化は、

$$I(t) = I_s \cdot \exp(-t/\tau)$$

で表される。ここで、 $t$ は時間、 $\tau$ は緩和時間、 $I_s$ は最初の磁化の値である。さらに $\tau$ は

$$\tau = \tau_0 \cdot \exp(v \cdot K_u / kT)$$

で表される。ここで、 $\tau_0$ は約 $10^{-9}$ 、 $k$ はボルツマン定数、 $T$ は絶対温度である。 $\tau$ は、実用的な記録保持時間である10年以上であることが要求される。室温( $T=300\text{K}$ )において、 $\tau$ が10年以上の値を満足する条件は、 $v \cdot K_u > 1.7 \times 10^{-19} \text{J}$ となる。 $\text{SmCo}$ を例にとり $K_u$ に $9.5 \times 10^6 \text{J/m}^3$ を代入すると、 $v = 1.8 \times 10^{-26} \text{m}^3$ となる。したがって、磁性粒子がこの値以上の体積を有していれば、熱ゆらぎによる磁化の消失がなく、磁気記録媒体として好ましく用いることができる。

#### 【0069】(b) 磁気クラスターのサイズ

磁気ヘッドからの磁界によって磁気記録層上に磁区が形成され、これが情報の記録の1単位となる。磁気記録層の最小の磁区サイズが、形成されるべき磁区よりも大きいと、信号の $S/N$ 比が劣化し、最悪の場合再生不可能となる。最小磁区サイズは磁気記録媒体を交流消磁した場合の磁気クラスターサイズで見積もることができる。

1 Gb/in<sup>2</sup> の記録密度を達成する記録磁区の線方向の長さは150 nm (Murdock, IEEE Trans. Magn., Vol. 28, p.3078(1992))である。したがって、この磁気クラスターの平均サイズをこの値より小さくすれば、1 Gb/in<sup>2</sup> 以上の高密度記録が可能となる。ただし、実用的には、磁区の短辺に数個の磁気クラスターが入る程度でないと、ノイズレベルが大きくなる。したがって、磁気クラスターの大きさは100 nm以下、さらに50 nm以下であることが好ましい。高S/N比の再生を実現するためには、30 nm以下であることがより好ましい。

#### 【0070】(c) 磁性粒子の粒径

分散型磁気記録層では、磁性粒子どうしが交換相互作用が働かない程度に離れているため、磁性粒子が磁化反転の最小単位となる。磁性粒子の粒径が磁気記録層を交流消磁したときの磁気クラスターサイズと同程度またはそれ以上である場合、磁気記録層に形成される磁区の形状はヘッドからの磁界を反映することができないため、媒体ノイズの原因になる。この場合、面内の磁性粒子の平均粒径(楕円の場合には長軸の平均長さ)が交流消磁をしたときの平均磁気クラスターサイズの1/10以下であれば、媒体ノイズを低減することができる。

【0071】次に、磁気記録媒体の潤滑剤について説明する。高密度の磁気記録を実現するためには、ヘッド-媒体間距離を短くし、さらに摺動させることが必要になる。これに伴い、磁気記録媒体と記録・再生ヘッドとの接触による摩耗を効果的に防止するために、磁気記録媒体の表面に潤滑剤を塗布して使用する。潤滑剤としては、Fomblin Z-DOL、Fomblin AM2001などが用いられている。この潤滑剤が不均一に塗布されて突起が生じると、ヘッドが衝突して破壊する原因となる。このため、潤滑剤を厚さ10 nm程度に均一に密着性よく塗布することが要求される。従来の薄膜型磁気記録層では、表面にカーボン、シリカなどからなる保護膜を形成し、この保護膜上に潤滑剤を塗布していた。しかし、特にシリカ系の保護膜を用いた場合、表面に存在するOH基のために、潤滑剤を均一に塗布することが困難である。そこで、シリカ系の保護膜を形成した場合、熱処理によりOH基を除去した後に、潤滑剤を塗布していた。

【0072】一方、本発明の分散型磁気記録媒体では、非磁性母材が保護膜としての機能を持ち、機械特性を改善できるので、スペーシングロスになる保護膜は必ずしも設ける必要はない。ここで、非磁性母材部分または非磁性母材と磁性粒子との境界に空隙が存在すると、この空隙に潤滑剤が侵入するため、ある程度の密着性の向上が期待できる。また、通常は磁気記録層を作製した後、潤滑剤を塗布する前に研磨(パニッシング)を行うので、表面により多くの空隙が現われ、潤滑剤の密着性がさらに向上することが期待できる。このような空隙は、

半径1 nm以上、深さ2 nm以上であると十分な密着性が得られるので好ましい。

【0073】しかし、特にシリカ系の母材を用いた分散型磁気記録層で表面が母材のみからなっている場合、シリカ系の保護膜の場合と同様に、表面に存在するOH基のために、潤滑剤を均一に塗布することが困難である。しかも、OH基を除去できる程度の熱処理を行うと、磁性粒子と母材との間で構成元素の相互拡散が起り、磁気特性を損なうおそれがある。このため、このような熱処理は避けることが好ましい。

【0074】分散型磁気記録層の表面に潤滑剤を均一に塗布するためには、熱処理を施すことなく、表面のOH基の濃度を $4 \times 10^{11}$  atm/cm<sup>2</sup> 以下にすることが好ましい。記録層表面のOH基の濃度を減少させる方法として、酸処理、オゾン処理などが挙げられる。これらの処理を行うと、酸またはオゾンとの反応によりOH基が脱離し、記録層表面のOH基の濃度が減少する。したがって、熱処理を施すことなく、潤滑剤を均一に塗布することができる。

#### 【0075】

【実施例】以下に本発明の実施例を説明する。

#### 【0076】実施例1

図2～図6に示したような微細構造を有する磁気記録層を作製した例について説明する。

#### 【0077】実施例1A

2.5インチ径のガラスディスク基板、CoPtターゲットおよびSiO<sub>2</sub>ターゲットを、マグネトロンスパッタ装置にセットした。2 mTorrのAr雰囲気中で、基板に200 Wのバイアスを印加しながら、5分間わたって2元同時スパッタ(CoPtをDCスパッタ、SiO<sub>2</sub>をRFスパッタ)して、基板上に磁気記録層を成膜した。

【0078】FE-TEMにより磁気記録層の平面観察を行ったところ、SiO<sub>2</sub>を主成分とする非晶質相中にCoPtを主成分とする結晶質相が分散された構造を持つことが確認された。この磁気記録層の断面TEM観察を行ったところ、基板表面と磁性粒子(CoPt)間に非磁性母材(SiO<sub>2</sub>)が介在していることが確認された。垂直方向の磁性粒子の平均粒径は8 nm程度であった。垂直方向の磁性粒子の変位は2 nm程度であり、磁性粒子の平均半径以下であった。面内の磁性粒子間の間隔は平均で約3 nm程度であった。このようにCoPt微粒子がSiO<sub>2</sub>中に均質に分散した磁気記録層が形成されていることが確認された。

【0079】この磁気記録層の静磁気特性を(VSM)を用いて測定したところ、H<sub>c</sub>が2000 Oe、M<sub>s</sub>が350 emu/ccであった。この磁気記録層の表面抵抗を四端子法で測定したところ、1 MΩ以上の値を示した。

#### 【0080】実施例1B

成膜時間を10分にした以外は実施例1Aと同様にし、CoPt/SiO<sub>2</sub>からなる磁気記録層を形成した。得られた磁気記録層中の磁性粒子は、垂直方向に沿う断面がU形状であった。面内方向の磁性粒子の下部の平均径は約8nm、垂直方向の磁性粒子の長さは15~18nm程度であった。磁性粒子とディスクとの間には非磁性母材(SiO<sub>2</sub>)が介在しており、磁性粒子はディスクと接触していなかった。磁性粒子の下部の変位は平均で3nm程度であり、磁性粒子の下部の平均曲率半径(4nm)より小さい値であった。

【0081】この磁気記録層は、Hcが2000Oe、Msが400emu/cc、表面抵抗が1MΩ以上であった。

#### 【0082】実施例1C

非磁性母材としてTiNを用いた以外は実施例1Aと同様にし、CoPt/TiNからなる磁気記録層を形成した。垂直方向の磁性粒子の平均粒径は約9nm、磁性粒子の変位は約3nm以下であった。面内の磁性粒子間の間隔は平均で約3nmであった。このようにCoPt微粒子がTiN母材中に均質に分散した磁気記録層が形成されていることが確認された。

【0083】この磁気記録層は、Hcが1950Oe、Msが345emu/cc、表面抵抗が数Ω程度であった。

#### 【0084】実施例1D

実施例1Aと同様にし、表面に50nmのCr下地層を有するガラスディスク上に、CoPt/SiO<sub>2</sub>からなる磁気記録層を形成した。この結果、実施例1Aとはほぼ同様の微細構造を有する磁気記録層が得られた。このことは、磁気記録層の形成がCr下地層の影響をほとんど受けないことを示している。

【0085】この磁気記録層は、Hcが2100Oe、Msが390emu/cc、表面低抗が数100kΩ程度であった。

#### 【0086】実施例1E

実施例1Cと同様にし、表面に50nmのCr下地層を有するガラスディスク上に、CoPt/TiNからなる磁気記録層を形成した。この結果、実施例1Cとはほぼ同様の微細構造を有する磁気記録層が得られた。

【0087】この磁気記録層は、Hcが2000Oe、Msが380emu/cc、表面抵抗が数Ω程度であった。

#### 【0088】実施例1F

スパッタ時のCoPtターゲットへの投入パワーを2倍にしたこと以外は実施例1Aと同様にし、CoPt/SiO<sub>2</sub>からなる磁気記録層を形成した。磁性粒子の平均粒径は約8nm、垂直方向の磁性粒子の変位は約2nm以内であった。面内の磁性粒子間の間隔は平均2nm程度であった。すなわち、この磁気記録層は、面内の磁性粒子間の間隔が狭くなっていることを除いて、実施例

1Aのものとほぼ同様の微細構造を有していた。基板表面と磁性粒子間には非磁性母材(SiO<sub>2</sub>)が介在していることが確認された。

【0089】この磁気記録層は、Hcが2000Oe、Msが430emu/cc、表面抵抗が1MΩ以上であった。

#### 【0090】実施例1G

成膜時のCoPtターゲットへの投入パワーを2倍にしたこと以外は実施例1Cと同様にし、CoPt/TiNからなる磁気記録層を形成した。この磁気記録層の微細構造は、ほぼ実施例1Fのものと同様であった。

【0091】この磁気記録層は、Hcが1900Oe、Msが420emu/cc、表面抵抗が数Ωであった。

【0092】次に、上記と同一の条件で磁気記録層を形成し、さらに連続的にカーボンスパッタして10nmのカーボン保護膜を形成したディスク1A~1Gを作製した。これらのディスクについて、スピンスタンドを用いて電磁変換特性を評価した。記録にはギャップ長0.3μm、トラック幅4.0μmのMIGヘッドを用いた。再生にはギャップ長0.14μm、トラック幅2.7μmのMRヘッドを用いた。ヘッドの浮上量は50nmとした。

【0093】まず、記録密度150kfc i (flux change per inch) で信号を記録し、再生して、規格化媒体ノイズ(Nm/So)を測定した。その結果、いずれのディスクでも0.015~0.018μm<sup>1/2</sup> μVrms/μVppであり、非常に低ノイズであった。また、媒体S/Nm比を測定したところ、ディスク1A、1C、1D、1Eでは30~31dB、ディスク1F、1Gでは32dB、ディスク1Bでは34dBであった。ディスク1Bは磁性粒子が大きく磁化が大きいため信号強度が大きくなり、結果として高S/Nmが得られたと考えられる。ディスク1F、1Gは磁気記録層中の磁性粒子の体積含有率が高いため、信号強度が大きくなり、高S/Nmが得られたと考えられる。

【0094】次に、記録密度200kfc i で信号を記録し、再生して、規格化媒体ノイズ(Nm/So)を測定した。その結果、ディスク1Aでは0.017、ディスク1Fでは0.015、ディスク1Gでは0.02μm<sup>1/2</sup> μVrms/μVppであった。ディスク1Fは磁性粒子が高密度であり、高記録密度でも良好な値を示していると考えられる。ディスク1Gは導電性母材による磁気的相互作用の増加によりノイズが大きくなったと考えられる。

【0095】つづいて、記録電流を30mAに設定し、20kfc i で記録した後に、80kfc i でオーバーライト記録して、オーバーライト特性を測定した。その結果、どのディスクも40dBを超える良好な値を示した。

## 【0096】比較例1H

ガラスディスク上にCr下地層を形成し、このCr下地層上にCoCr柱状結晶を含む金属薄膜からなる磁気記録層を形成した。Hcは2400Oe、Msは460emu/ccであった。

## 【0097】比較例1I

スパッタ時に基板バイアスを印加しなかった以外は実施例1Dと同様にして、CoPt/SiO<sub>2</sub>からなる磁気記録層を形成した。この磁気記録層中では、CoPt磁性粒子は垂直方向に沿ってランダムに分布し、一部の微粒子はCr下地層と接触していた。Hcは1990Oe、Msは390emu/ccであった。

【0098】次に、上記と同一の条件で磁気記録層を形成し、さらに連続的にカーボンをスパッタして10nmのカーボン保護膜を形成したディスク1Hおよび1Iを作製した。これらのディスクについて、規格化媒体ノイズを測定した。その結果、ディスクHでは0.022、ディスクIでは0.02 $\mu\text{m}^{1/2}$   $\mu\text{Vrms}/\mu\text{Vpp}$ であり、いずれのディスクも実施例のディスクよりノイズが大きかった。また、オーバーライト特性を測定したところ、ディスクHでは実施例と同程度の値を示したが、ディスクIでは-25dBと低い値であった。これは、ディスクIでは磁性粒子の垂直方向の変位が大きく垂直方向での分布が不均一であるうえに、基板に接触している磁性粒子により部分的に磁氣的相互作用が大きくなっていることによると考えられる。

## 【0099】実施例2

図7～図9に示す微細構造を有する磁気記録層を作製した例について説明する。

## 【0100】実施例2A

ガラスディスク基板およびSiディスク基板（いずれも2.5インチ径）、CoPtターゲットおよびSiO<sub>2</sub>ターゲットを、マグネトロンスパッタ装置にセットした。0.27PaのAr雰囲気中で、400Wの基板バイアスを印加しながら2元同時スパッタを行い、各基板上に膜厚40nmの磁気記録層を形成した。

\*  
記録/再生特性の評価条件

回転数	測定位置	周速	浮上量
1800rpm	21.45mm	4.02m/s	0.05 $\mu\text{m}$

【0106】評価の結果、DC消去後のノイズレベルと一定周波数で記録した後のノイズレベルはほぼ同一であり、記録後の磁化転移性ノイズが0に近いことがわかった。

【0107】また、30kfc iのトラック密度で記録した後、120kfc iでオーバーライト記録したときのオーバーライトスペクトルを図19に示す。消去比は43dBであり、良好なオーバーライト特性を示した。

\*【0101】ガラス基板上に形成した磁気記録層を断面TEM観察したところ、図7と同様なTEM像が得られた。SiO<sub>2</sub>母材中に分散したCoPt粒子の形状は楕円であり、短軸の平均長さは3.0nm、短軸/長軸比は0.55であった。垂直方向のCoPt粒子間の間隔は平均で1.0nmであった。磁気記録層を平面TEM観察したところ、図8と同様なTEM像が得られた。SiO<sub>2</sub>母材中に分散したCoPt粒子の形状は円形であり、平均粒径は5.5nm、面内方向の粒子間の間隔は平均で2.5nmであった。これらの観察結果から、形成されたCoPt粒子は垂直方向に沿う短軸を回転軸とする扁平な回転楕円体に近いことが判明した。

【0102】この磁気記録層の磁気特性を測定したところ、面内に磁気異方性を有し、保磁力は160kA/m (2kOe)、飽和磁化は0.53Wb/m<sup>2</sup> (424G)、磁気異方性エネルギーは2.1 $\times 10^6$  J/m<sup>3</sup>であった。走査型磁気力顕微鏡(MFM)によって交流消磁した試料表面を観察したところ、平均磁気クラスターサイズは65nmであり、CoPt粒子の粒径の10倍以上であった。

【0103】次に、Si基板上に形成した磁気記録層上に潤滑剤をコーティングした後、記録・再生を行い、ノイズレベルを測定した。このときに用いた磁気ヘッドの諸元と評価条件を表1および表2に示す。

## 【0104】

## 【表1】

	ヘッド諸元	
	記録ヘッド	再生ヘッド
ギャップ長	0.28 $\mu\text{m}$	0.135 $\mu\text{m}$
トラック幅	5.5 $\mu\text{m}$	2.7 $\mu\text{m}$
巻数	50turn	—

## 【0105】

## 【表2】

## 【0108】実施例2B

ガラスディスク基板およびSiディスク基板（いずれも2.5インチ径）、CoPtCrターゲットおよびSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ターゲットを、イオンビームスパッタ装置にセットした。基板表面をイオンエッチング処理した。両方のターゲットを交互にスパッタして、各基板上にSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>母材中にCoPtCr粒子が分散した構造を有する磁気記録層を形成した。このときの条件は以下の通りであ

る。成膜を開始する直前の到達真空度を $6.7 \times 10^{-3}$  Paとした後、Arを導入して圧力を $2.4 \times 10^{-2}$  Paとした。ディスクの背面に永久磁石を設置し、ディスクを自転させたときにディスクの接線方向に磁界が印加されるようにした。加速電圧700V、ビーム電流30mAに設定して、成膜を開始した。そして、CoPtCrを4.5nm成膜し、10秒後にSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>を4.5nm成膜する操作を繰り返して、全厚27nmの磁気記録層を形成した。

【0109】ガラスディスク上に形成した磁気記録層を断面TEM観察したところ、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>母材中に分散したCoPtCr粒子の形状は楕円であった。短軸および長軸の平均長さはそれぞれ4nmおよび5nmで、両者の比は0.8であった。垂直方向の粒子間の間隔は平均で0.6nmであった。磁気記録層を平面SEM観察したところ、図9に示すように、同一方向に揃った楕円粒子が観察された。短軸および長軸の平均長さはそれぞれ4nmおよび5nmで、両者の比は0.8であった。面内方向の粒子間の間隔は平均で2.1nmであった。これらの観察結果から、形成されたCoPtCr粒子は面内方向に沿う長軸を回転軸とする偏平な回転楕円体に近いことが判明した。

【0110】この磁気記録層は面内に磁気異方性を有し、保磁力は176kA/m (2.2kOe)、飽和磁化は0.56Wb/m<sup>2</sup> (448G)、磁気異方性エネルギーは $3.2 \times 10^6$  J/m<sup>3</sup>であった。平均磁気クラスターサイズは58nmであり、CoPtCr粒子の長軸の長さの10倍以上であった。

【0111】Siディスク上に形成した磁気記録層上に潤滑剤をコーティングし、記録・再生を行ってノイズレベルを測定した。DC消去後のノイズレベルと一定周波数で記録した後のノイズレベルはほぼ同一であり、記録後の磁化転移性ノイズが0に近いことがわかった。

【0112】30kfc iのトラック密度で記録した後、120kfc iでオーバーライト記録したときの消去比は42dBであり、良好なオーバーライト特性を示した。記録後の磁気記録層をMFMで観察したところ、記録ビット間の磁化転移揺らぎが全くない、シャープなビットパターンが確認された。

#### 【0113】実施例2C

ガラスディスク基板およびSiディスク基板 (いずれも2.5インチ径)、Co、FeおよびAlターゲットをマグネトロンスパッタ装置にセットした。10%の酸素を含むAr雰囲気中で3元同時スパッタを行い、各基板上に膜厚50nmの磁気記録層を形成した。得られた磁気記録層はAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>に近い組成を有する母材中にCoFe粒子が分散した構造を有していた。

【0114】磁気記録層のTEM観察によれば、CoFe粒子の形状は回転楕円体であり、長軸と短軸の平均長さはそれぞれ8nmおよび3nmで、両者の比は0.3

8であった。垂直方向の粒子間の間隔は平均で1.0nm、面内方向の粒子間の間隔は平均で3.0nmであった。

【0115】この磁気記録層は面内に磁気異方性を有し、保磁力は180kA/m (2.3kOe)、飽和磁化は0.51Wb/m<sup>2</sup> (405G)、磁気異方性エネルギーは $1.2 \times 10^6$  J/m<sup>3</sup>であった。平均磁気クラスターサイズは105nmであり、CoFe粒子の長軸の長さの10倍以上であった。

【0116】Siディスク上に形成した磁気記録層上に潤滑剤をコーティングし、記録・再生を行ってノイズレベルを測定した。DC消去後のノイズレベルと一定周波数で記録した後のノイズレベルはほぼ同一であり、記録後の磁化転移性ノイズが0に近いことがわかった。

【0117】30kfc iのトラック密度で記録した後、120kfc iでオーバーライト記録したときの消去比は42dBであり、良好なオーバーライト特性を示した。記録後の磁気記録層をMFMで観察したところ、記録ビット間の磁化転移揺らぎが全くない、シャープなビットパターンが確認された。

#### 【0118】実施例2D

ガラスディスク基板およびSiディスク基板 (いずれも2.5インチ径)、蒸着源としてそれぞれCoPtとSiOを収容したるつぼを、電子ビーム蒸着装置にセットした。同時蒸着して、各基板上にSiO母材中にCoPt粒子が分散した構造を有する膜厚30nmの磁気記録層を形成した。成膜中の基板温度を変化させることにより、SiO母材中でのCoPt粒子の分散形態を様々に変化させることができた。

【0119】基板温度を100℃に設定したときに得られた磁気記録層が最も優れたノイズ特性を示したので、まずこの磁気記録層に関する測定結果を示す。

【0120】磁気記録層のTEM観察によれば、CoPt粒子の形状は回転楕円体であり、長軸と短軸の平均長さはそれぞれ6.5nmおよび2.0nmで、両者の比は0.31であった。垂直方向の粒子間の間隔は平均で0.8nm、面内方向の粒子間の間隔は平均で2.4nmであった。

【0121】この磁気記録層は面内に磁気異方性を有し、保磁力は141kA/m (1.8kOe)、飽和磁化は0.50Wb/m<sup>2</sup> (398G)、磁気異方性エネルギーは $1.2 \times 10^6$  J/m<sup>3</sup>であった。平均磁気クラスターサイズは71nmであり、CoPt粒子の長軸の長さの10倍以上であった。

【0122】Siディスク上に形成した磁気記録層上に潤滑剤をコーティングし、記録・再生を行ってノイズレベルを測定した。DC消去後のノイズレベルと一定周波数で記録した後のノイズレベルとはほぼ同一であり、記録後の磁化転移性ノイズが0に近いことがわかった。

【0123】20kfc iのトラック密度で記録した

後、80kfc iで記録したときの消去比は38dBであり、良好なオーバーライト特性を示した。記録後の磁気記録層をMFMで観察したところ、記録ビット間の磁化転移揺らぎが全くない、シャープなビットパターンが確認された。

#### 【0124】実施例3

##### 実施例3A

ガラスディスク基板およびSiディスク基板（いずれも2.5インチ径）、Crターゲット、Co<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>ターゲットおよびSiO<sub>2</sub>ターゲットを、多元マグネトロンスパッタ装置に設置した。まず、Crターゲットをスパッタして、各基板上に厚さ60nmのCr下地層を形成した。次に、0.27PaのAr雰囲気中で、400Wの基板バイアスを印加しながら、Co<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>ターゲットおよびSiO<sub>2</sub>ターゲットを2元同時スパッタして、Cr下地層上に厚さ13nmの磁気記録層を形成した。

【0125】ガラスディスク上に形成された磁気記録層の断面のTEM像を図20に模式的に示す。図20に示されるように、ガラスディスク1上にCr下地層3が形成されており、その内部には粒界が存在する。この下地層3上に磁気記録層2が形成されている。この磁気記録層2は以下のような微細構造を有する。すなわち、SiO<sub>2</sub>からなる非磁性母材21中に、下地層3上に直接成長し基板面に対して斜面を有する円錐状の磁性粒子22a、および円錐状の磁性粒子22aと分離された回転楕円体状の磁性粒子22bが分散している。円錐状の粒子22aは、底面の直径が平均で約16nm、その側面と基板面とのなす角φが平均で69°であった。回転楕円体状の粒子22bは、面内方向の直径が平均で約9nm、円錐状の粒子22aとの間隔が平均で約2.5nmであった。磁気記録層全体に対するCo<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>粒子の体積分率は50vol%であった。

【0126】この磁気記録層の磁気特性を測定したところ、面内磁気異方性を有し、保磁力は160kA/m（2kOe）、飽和磁化は0.53Wb/m<sup>2</sup>（424G）、磁気異方性エネルギーは2.1×10<sup>6</sup>J/m<sup>3</sup>であった。

【0127】Siディスク上にCr下地層を介して形成した磁気記録層の表面に潤滑剤をコーティングし、記録・再生試験を行ってノイズレベルを評価した。このときの磁気ヘッドの諸元および試験条件は、上述した表1および表2と同一とした。DC消去後のノイズレベルと一定周波数で記録した後のノイズレベルはほぼ同一であり、記録後の磁化転移性ノイズは0.35mVrmsであることがわかった。

【0128】20kfc iのトラック密度で記録した後、80kfc iでオーバーライト記録したときのオーバーライトスペクトルを図21に示す。消去比は40dBであり、良好なオーバーライト特性を示した。

#### 【0129】実施例3B

ターゲットとしてCo<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>ターゲットおよびAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ターゲットを使用し、実施例3Aと同様の方法で、ガラスディスクおよびSiディスク上に磁気記録層を形成する際に、スパッタ条件を様々に変化させて12種類の磁気記録層を形成した。成膜中の希ガス種と圧力、基板温度、基板バイアス条件、下地層の種類と膜厚などを変化させることにより、島状（円錐状または円錐台状）の磁性粒子の形状を変化させることができた。形成された磁気記録層の膜厚は10~40nmの範囲であった。

【0130】ガラスディスク上に形成した各磁気記録層の断面をTEM観察して、島状の粒子の側面と基板面とのなす角φの平均値を求めた。また、Siディスク上に形成した各磁気記録層について記録・再生試験を行い、記録密度150kfc iで記録した後の磁化転移性ノイズを求めた。島状の粒子の側面と基板面とのなす角φと磁化転移性ノイズとの関係を図22に示す。

【0131】図22において、φが90°の場合が柱状粒子を含む磁気記録層に相当し、φが0°の場合が磁性金属の連続膜からなる磁気記録層に相当する。図22から、φが90~80°の場合と比較すると、φが75°以下の場合には磁化転移性ノイズが大幅に低下している。特に、φが70~45°の場合の磁化転移性ノイズは、φが90~80°の場合の約1/10に減少している。このように、側面と基板面とのなす角φが75°以下である島状の粒子を含む磁気記録層では、転移性ノイズを大幅に低減できることが確認できた。

#### 【0132】実施例3C

ガラスディスク基板およびSiディスク基板（いずれも2.5インチ径）、Co<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>Cr、ターゲットおよびSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ターゲットを、イオンビームスパッタ装置に設置した。基板の表面をイオンエッチング処理した。成膜を開始する直前の到達真空度を6.7×10<sup>-3</sup>Pa、成膜時のAr圧を2.4×10<sup>-2</sup>Paとした。ディスクの背面に永久磁石を設置し、ディスクを自転させたときに接線方向に磁界が印加されるようにした。加速電圧700V、ビーム電流30mAの条件で交互スパッタを行って磁気記録層を成膜した。このとき、Co<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>Cr、ターゲットを用いて75秒間スパッタし、10秒経過した後、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ターゲットを用いて25秒間スパッタする操作を繰り返し、全厚20nmの磁気記録層を形成した。

【0133】ガラスディスク上に形成した磁気記録層の断面TEM像を図23に模式的に示す。図23に示されるように、ガラスディスク1上に磁気記録層2が形成されており、この磁気記録層2はSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>からなる非磁性母材21中に円錐台状の磁性粒子22aが分散された構造が2層積層されたものであることがわかる。それぞれの層に存在する円錐台状の粒子22aは、底面の直径が平均で7nm、高さが平均で6nmであった。

【0134】この磁気記録層は面内に磁気異方性を有

し、保磁力は $176 \text{ kA/m}$  ( $2.2 \text{ kOe}$ )、飽和磁化は $0.56 \text{ Wb/m}^2$  ( $448 \text{ G}$ )、磁気異方性エネルギーは $3.2 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ であった。

【0135】Siディスク上に形成された磁気記録層上に潤滑剤をコーティングし、記録・再生を行ってノイズレベルを測定した。DC消去後のノイズレベルと一定周波数で記録した後のノイズレベルはほぼ同一であり、記録後の磁化転移性ノイズが0に近いことがわかった。 $30 \text{ kfc i}$ で記録した後、 $120 \text{ kfc i}$ でオーバーライト記録したときの消去比は $42 \text{ dB}$ であり、良好なオーバーライト特性を示した。記録後の磁気記録層をMFMで観察したところ、記録ビット間の磁化転移揺らぎが全くないシャープなビットパターンが確認された。

#### 【0136】実施例3D

ガラスディスク基板およびSiディスク基板(いずれも $2.5$ インチ径)、Co、FeおよびAlターゲットをスパッタ装置に設置し、 $10\%$ の酸素を含有するAr雰囲気中で3元同時スパッタを行い、膜厚 $10 \text{ nm}$ の磁気記録層を形成した。

【0137】磁気記録層の微細構造を調べたところ、Al、O、母材中に、円錐台状および面内方向に沿って偏平な回転楕円体状のCoFe粒子が分散した構造を有していた。円錐台状の粒子は底面の直径が平均で約 $11 \text{ nm}$ 、高さが平均で約 $7 \text{ nm}$ であった。回転楕円体状の粒子は面内方向の直径が平均で約 $7 \text{ nm}$ であった。円錐台状の粒子と回転楕円体状の粒子との間隔は平均で約 $1.7 \text{ nm}$ であった。磁性粒子の体積分率は $55\%$ であった。

【0138】この磁気記録層は面内に磁気異方性を有し、保磁力は $181 \text{ kA/m}$  ( $2.3 \text{ kOe}$ )、飽和磁化は $0.50 \text{ Wb/m}^2$  ( $405 \text{ G}$ )、磁気異方性エネルギーは $1.22 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ であった。

【0139】Siディスク上に形成した磁気記録層上に潤滑剤をコーティングし、記録・再生を行ってノイズレベルを測定した。DC消去後のノイズレベルと一定周波数で記録した後のノイズレベルはほぼ同一であり、記録後の磁化転移性ノイズが0に近いことがわかった。また、 $30 \text{ kfc i}$ で記録した後、 $120 \text{ kfc i}$ でオーバーライト記録したときの消去比は $38 \text{ dB}$ であり、良好なオーバーライト特性を示した。記録後の磁気記録層をMFMで観察したところ、記録ビット間の磁化転移揺らぎが全くない、シャープなビットパターンが確認された。

#### 【0140】実施例3E

ガラスディスク基板およびSiディスク基板(いずれも $2.5$ インチ径)、蒸着源としてそれぞれV、Co、Pt、およびSiOを収容したるつぼを、電子ビーム蒸着装置に設置した。到達真空度 $6 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ において、まずVを $100 \text{ nm}$ 蒸着して下地層を形成した。次に、Co、Pt、およびSiOを同時蒸着して、膜厚 $18 \text{ nm}$

mの磁気記録層を形成した。このとき、成膜中の基板温度を変化させることにより、SiO母材中にCo、Pt粒子を様々な形態で分散させることができた。

【0141】このうち、基板温度 $100^\circ\text{C}$ の条件で得られた磁気記録層が最も良好な低ノイズ特性を示したので、最初にこの磁気記録層に関する結果を示す。

【0142】この磁気記録層の微細構造を調べたところ、SiO母材中に円錐台状のCo、Pt粒子が分散した構造を有していた。円錐台状の粒子は底面の直径が平均で約 $14 \text{ nm}$ 、高さが平均で約 $13 \text{ nm}$ であった。Co、Pt粒子の体積分率は $60\%$ であった。

【0143】この磁気記録層は面内に磁気異方性を有し、保磁力は $141 \text{ kA/m}$  ( $1.8 \text{ kOe}$ )、飽和磁化は $0.50 \text{ Wb/m}^2$  ( $398 \text{ G}$ )、磁気異方性エネルギーは $1.1 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ であった。

【0144】Siディスク上に形成した磁気記録層上に潤滑剤をコーティングし、記録・再生を行ってノイズレベルを測定した。DC消去後のノイズレベルと一定周波数で記録した後のノイズレベルはほぼ同一であり、記録後の磁化転移性ノイズが0に近いことがわかった。 $20 \text{ kfc i}$ で記録した後、 $80 \text{ kfc i}$ でオーバーライト記録したときの消去比は $38 \text{ dB}$ であり、良好なオーバーライト特性を示した。記録後の磁気記録層をMFMで観察したところ、記録ビット間の磁化転移揺らぎが全くないシャープなビットパターンが確認された。

【0145】比較のために、基板温度 $200^\circ\text{C}$ の条件で得られた磁気記録層の構造と記録・再生特性を調べた。この磁気記録層は、下地層上にCo、Ptの連続膜が形成されたものであった。この磁気記録層は、保磁力が $3 \text{ kOe}$ と高いが、磁化転移性ノイズが非常に大きかった。このように磁性金属の連続膜からなる磁気記録層は高密度磁気記録媒体に適していない。

#### 【0146】実施例3F

$2.5$ インチ径のSiディスクの表面に熱酸化膜を形成した基板、Ptターゲット、 $\text{Sm}_1\text{Co}_3$ ターゲットおよびBNターゲットを、多元マグネトロンスパッタ装置に設置した。まず、Ptターゲットを用い、基板上に厚さ $50 \text{ nm}$ のPt下地層を形成した。次に、基板バイアスを印加しながら、 $\text{Sm}_1\text{Co}_3$ ターゲットとBNターゲットを2元同時スパッタして、Pt下地層上に厚さ $13 \text{ nm}$ の磁気記録層を形成した。

【0147】この磁気記録層の微細構造を調べたところ、BN母材中に円錐台状の $\text{Sm}_1\text{Co}_3$ 粒子が分散していた。円錐台状の粒子は底面の直径が平均で約 $8 \text{ nm}$ 、高さが平均で約 $11 \text{ nm}$ であった。磁気記録層全体に対する $\text{Sm}_1\text{Co}_3$ 粒子の体積分率は $48\%$ であった。

【0148】この磁気記録層は、保磁力が $3.1 \text{ kOe}$ であった。このような高保磁力が得られたのは、非磁性母材であるBNが高い還元性を有し、しかも $\text{Sm}_1\text{Co}$



、と固溶しないため、磁性金属中の酸素濃度が低減されたためであると考えられる。

【0149】磁気記録層上に潤滑剤をコーティングし、記録・再生を行ってノイズレベルを測定した。DC消去後のノイズレベルと一定周波数で記録した後のノイズレベルはほぼ同一であり、記録後の磁化転移性ノイズが0に近いことがわかった。また、50kfc iで記録した後、150kfc iでオーバーライト記録したときの消去比は39dBであり、良好なオーバーライト特性を示した。記録後の磁気記録層をMFMで観察したところ、記録ビット間の磁化転移揺らぎが全くないシャープなビットパターンが確認された。

#### 【0150】実施例4

##### 実施例4A

ガラスディスク基板、CoPtターゲットおよびSiO<sub>2</sub>ターゲットを用い、0.3PaのAr雰囲気中で2元同時スパッタして、50nm厚さの磁気記録層を形成した。スパッタ時にターゲットと基板との距離(TS)を200mmまたは50mmに設定した。

【0151】この磁気記録層は、CoPt粒子とSi-O母材とで構成されていた。母材は、SiO<sub>2</sub>に近い組成を有し、バルクで2GPaのビッカース硬度を有する。この磁気記録層を王水中に浸し、CoPtのみを選択的に溶解させたところ、母材の部分のみ元の磁気記録層の形状を保って残存し、母材が磁気記録層の垂直方向および面内方向に連続して存在することが確認された。

【0152】これらの磁気記録層について、分析透過型電子顕微鏡(分析TEM)を用いて組成分析を行った。その結果、TSが50mmの条件で得られたものは、CoPt粒子の中央部におけるSiの含有率が10原子%以下、Oの含有率が28原子%以下であった。これに対し、TSが200mmの条件で得られたものは、CoPt粒子の中央部におけるSiの含有率が5原子%以下、Oの含有率が10原子%であった。また、いずれのものでも、Si-O母材の中央部におけるCo、Ptの含有率は5原子%以下であった。

【0153】これらの磁気記録層の磁気特性を測定したところ、面内磁気異方性を示した。各々のTSの条件で得られた磁気記録層の保磁力H<sub>c</sub>および飽和磁化I<sub>s</sub>の値は以下の通りであった。

#### 【0154】

TS	H <sub>c</sub>	I <sub>s</sub>
50 mm	~160 kA/m (2000 Oe)	~0.5 Wb/m <sup>2</sup> (400 G)
200 mm	~ 80 kA/m (1000 Oe)	~0.6 Wb/m <sup>2</sup> (480 G)

次に、TS=50mmの条件で作製された試料を選択し以下の実験を行った。磁気記録層をTEM観察し、CoPt粒子の体積充填率を算出したところ、記録層全体にわたって約0.5であった。CoPt粒子の平均体積は

$4 \times 10^{-24} \text{ m}^3$ であった。

【0155】磁気記録層の表面から測定した面内のCoPt粒子の平均粒径は6~9nmであった。この試料を交流消磁したときの平均磁気クラスターサイズは約100nmであった。CoPt粒子の平均的な形状と、全体の磁気特性から見積もった粒子の磁化とから算出された形状磁気異方性は、 $2.1 \sim 3.2 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ であった。磁気トルク測定から見積もった結晶磁気異方性は $2 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ であった。磁気記録層の表面にプローブを接触させて電気抵抗率を測定したところ、約10Ω・cmであった。

#### 【0156】実施例4B

ホウ素を8原子%添加したCoPtターゲットを用いたこと以外は実施例4Aと同様にして、ホウ素が添加された磁性粒子を含む磁気記録層を作製した。得られた磁気記録層の保磁力は220kA/mに向上した。分析TEMによって組成分析を行ったところ、非磁性母材中の平均ホウ素濃度は、磁性粒子中の平均ホウ素濃度の1/50以下であった。

#### 【0157】実施例4C

Taを7原子%添加したSi-Oターゲットを用いたこと以外は実施例4Aと同様にして、Taが添加された非磁性母材を含む磁気記録層を作製した。得られた磁気記録層の電気抵抗率は約10<sup>-2</sup>Ω・cmに減少した。このことは、MRヘッドからの電流リークによる素子の損傷確率を減少させるのに有利である。分析TEMによって組成分析を行ったところ、磁性粒子中の平均Ta濃度は、非磁性母材中の平均Ta濃度の1/10以下であった。

#### 【0158】実施例4D

ホウ素を5原子%添加したCoPtターゲットと、ホウ素を10原子%添加したSi-Oターゲットを用いたこと以外は実施例4Aと同様にして、磁性粒子と非磁性母材の両方にホウ素が添加された磁気記録層を作製した。磁性粒子へのホウ素添加により、保磁力は220kA/mに向上した。非磁性母材へのホウ素添加により磁気記録層全体の歪が減少した。このことは、磁気記録層の耐久性の向上に有利である。

【0159】次に、実施例4A~4Dの磁気記録層についてノイズレベルおよび耐久性を試験した。2.5インチ径のガラスディスク上に形成された磁気記録層上に潤滑剤を塗布し、記録・再生を行い、スペクトルアナライザーを用いてノイズレベルを測定した。いずれの磁気記録層も、DC消去後のノイズレベルと信号記録後のノイズレベルはほぼ同じであった。コンタクト・スタート・ストップ(CSS)試験によりヘッド-媒体間の摺動特性を評価した。いずれの磁気記録層も、保護膜がないにもかかわらず、50万回以上の耐久性が得られた。

#### 【0160】実施例4E

2.5インチ径のガラスディスク基板、Crターゲッ

ト、 $\text{Co}_{100}\text{Pt}_{10}$ ターゲットおよび $\text{SiO}_2$ ターゲットを、多元マグネトロンスパッタ装置に設置した。まず、 $0.3\text{Pa}$ の $\text{Ar}$ 雰囲気中で、 $\text{Cr}$ ターゲットをスパッタして、ガラスディスク上に厚さ $60\text{nm}$ の $\text{Cr}$ 下地層を形成した。次に、 $400\text{W}$ の基板バイアスを印加しながら、 $\text{Co}_{100}\text{Pt}_{10}$ ターゲットおよび $\text{SiO}_2$ ターゲットを2元同時スパッタして、 $\text{Cr}$ 下地層上に厚さ $15\text{nm}$ の磁気記録層を形成した。

【0161】バイアススパッタにより垂直方向の $\text{CoPt}$ 粒子の粒径のばらつきが小さくなった。 $\text{CoPt}$ 粒子の中央部における $\text{Si}$ の含有率は $10$ 原子%以下、 $\text{O}$ の含有率は $35$ 原子%であった。 $\text{Si-O}$ 母材の中央部において $\text{Co}$ の含有率は $5$ 原子%以下であった。 $\text{Cr}$ 下地層によって $\text{CoPt}$ 粒子の結晶配向性が向上した。この結果、磁気記録層の膜厚が $15\text{nm}$ と薄いにもかかわらず、 $220\text{kA/m}$ という大きな保磁力が得られた。保磁力角形比 $S$ は、実施例4Aの $0.6$ から、 $0.8$ へと向上した。

【0162】ガラスディスク上に形成された磁気記録層上に潤滑剤を塗布し、記録・再生を行い、スペクトルアナライザを用いてノイズレベルを測定した。DC消去後のノイズレベルと信号記録後のノイズレベルはほぼ同じであった。消去比は、 $\text{Cr}$ 下地層のない実施例4Aでは $40\text{dB}$ であったのに対し、 $50\text{dB}$ に向上した。CSS試験によりヘッド-媒体間の摺動特性を評価したところ、保護膜がないにもかかわらず、 $50$ 万回以上の耐久性が得られた。

#### 【0163】実施例4F

$\text{TiN}$ ターゲットを用いた以外は実施例4Aと同様にして、 $\text{CoPt}$ 粒子と $\text{TiN}$ 母材とからなる磁気記録層を作製した。この磁気記録層の磁気特性は実施例4Aとほぼ同様であった。この磁気記録層を王水中に浸し、 $\text{CoPt}$ のみを選択的に溶解させた。母材の部分のみ元の磁気記録層の形状を保って残存し、母材が磁気記録層の垂直方向および面内方向に連続して存在することが確認された。

【0164】実施例4Aおよび4Fのディスクをハードディスクドライブに取り付けた。実施例4Fのディスクを静止状態でMRヘッドと接触させ、ヘッド内の数箇所とスピンドルとの間の電気抵抗を測定し、電気抵抗率に換算した。いずれの測定でも $5 \times 10^{-2} \Omega \text{cm}$ 以上の値が得られた。次に、MRヘッドで再生を行った。その後、ヘッドから磁気記録層へ電荷を注入したり、ヘッドをときどき磁気記録層に接触させて強制的に媒体-ヘッド間で放電を起こした。実施例4Aのディスクでは、MRヘッドの静電破壊の確率が高かった。これに対し、実施例4Fのディスクでは、MRヘッドの静電破壊の確率が半減した。

#### 【0165】実施例4G

$\text{SiO}_2$ ターゲットの代わりに $\text{InSnO}$ ターゲットを

用い、 $\text{Ar}$ 雰囲気の代わりに $\text{Ar}+10\%$ 酸素を用いた以外は実施例4Aと同様にして、 $\text{CoPt}$ 粒子と $\text{InSnO}$  ( $\text{ITO}$ ) 母材とからなる磁気記録層を作製した。この磁気記録層の磁気特性は、実施例4Aのものとはほぼ同様であった。

【0166】得られたディスクをハードディスクドライブに取り付け、静止状態でヘッドを接触させ、ヘッド内の数箇所とスピンドルとの間の電気抵抗から電気抵抗率に換算した。いずれの測定でも $10^{-2} \Omega \text{cm}$ 以上の値が得られた。強制放電実験を行ったところ、MRヘッドの損傷はほとんど起こらなかった。

#### 【0167】実施例5

##### 実施例5A

ガラスディスク基板、 $\text{Co}$ 、 $\text{Fe}$ および $\text{Al}$ ターゲットを用い、 $10\%$ または $30\%$ の酸素を含む $\text{Ar}$ 雰囲気中で3元同時スパッタを行い、 $20\text{nm}$ 厚さの磁気記録層を成膜した。スパッタ時にターゲットと基板との距離(TS)を $200\text{mm}$ または $50\text{mm}$ に設定した。この磁気記録層は、 $\text{FeCo}$ 粒子と $\text{Al}_2\text{O}_3$ に近い組成を有する母材とで構成されていた。この母材材料はバルク状態では $12\text{GPa}$ のビッカース硬度を有する。この磁気記録層を王水中に浸し、 $\text{FeCo}$ 粒子のみを選択的に溶解させた。その結果、母材の部分のみ元の磁気記録層の形状を保って残存し、母材が磁気記録層の垂直方向および面内方向に連続して存在することが確認された。

【0168】分析TEMを用いて磁気記録層の微細領域の組成分析を行った。それぞれのTSおよび $\text{O}_2$ 分圧の条件で得られた各磁気記録層について、 $\text{FeCo}$ 粒子の中央部における $\text{Al}$ 含有率および $\text{O}$ 含有率は以下の通りであった。

#### 【0169】

TS	$\text{O}_2$	Al	O
50 mm	10 %	<10 at%	32 at%
50 mm	30 %	<10 at%	50 at%
200 mm	10 %	< 5 at%	10 at%
200 mm	30 %	< 5 at%	45 at%

いずれの条件で得られた磁気記録層でも、 $\text{Al-O}$ 母材の中央部における $\text{Co}$ および $\text{Fe}$ の含有率は $5$ 原子%以下であった。

【0170】この磁気記録層の磁気特性を測定したところ、面内磁気異方性を示した。各々のTSおよび $\text{O}_2$ 分圧の条件で得られた磁気記録層の保磁力 $H_c$ および飽和磁化 $I_s$ の値は以下の通りであった。

#### 【0171】

TS	$\text{O}_2$	$H_c$	$I_s$
50 mm	10 %	$\sim 160 \text{ kA/m}$	$\sim 1.0 \text{ Wb/m}^2$
50 mm	30 %	$\sim 60 \text{ kA/m}$	$\sim 0.5 \text{ Wb/m}^2$
200 mm	10 %	$\sim 100 \text{ kA/m}$	$\sim 1.0 \text{ Wb/m}^2$
200 mm	30 %	$\sim 60 \text{ kA/m}$	$\sim 0.7 \text{ Wb/m}^2$

次に、TSが $50\text{mm}$ 、 $\text{O}_2$ 分圧が $10\%$ の条件で得ら

れた試料を選択し、以下の実験を行った。 $\text{FeCo}$ と $\text{Al-O}$ との界面領域の組成分析を行ったところ、ごく薄い $\text{FeCo-O}$ 相が存在することがわかった。この界面相は $\text{FeCo}$ 粒子と $\text{Al-O}$ 母材との結合を強める作用を有する。このような界面相の生成は、磁気記録層の靱性を向上させて耐久性を向上させるのに有利である。

【0172】磁気記録層をTEM観察し、 $\text{FeCo}$ 粒子の体積充填率を算出したところ、記録層全体にわたって約0.65であった。 $\text{FeCo}$ 粒子の平均体積は $4 \times 10^{-24} \text{ m}^3$ であった。磁気記録層の表面観察から面内の粒子の平均粒径は7~8 nmであった。この試料を交流消磁したときの平均磁気クラスターサイズは120 nmであった。粒子は回転楕円体の形状で、長軸/短軸比は2~5であった。形状磁気異方性は $5.4 \sim 8.2 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ であった。磁気トルク測定から見積もった結晶磁気異方性は $10^6 \text{ J/m}^3$ であった。磁気記録層の表面にプローブを接触させて電気抵抗率を測定したところ、約 $10 \Omega \cdot \text{cm}$ であった。

#### 【0173】実施例5B

実施例5Aの3種のターゲットに加えてさらにCrターゲットを用いた以外は実施例5Aと同様にして、厚さ20 nmの磁気記録層を成膜した。この磁気記録層は、 $\text{FeCoCr}$ 粒子と $\text{Al}_2\text{O}_3$ に近い組成を有する $\text{Al-O}$ 母材とで構成されていた。磁気記録層の保磁力 $H_c$ は約180 kA/mに向上した。 $\text{FeCo}$ と $\text{Al-O}$ との界面領域の組成分析を行ったところ、ごく薄い $\text{FeCo-O}$ 相およびCr相が存在することがわかった。これらの界面相は、 $\text{FeCo}$ 粒子と $\text{Al-O}$ 母材との結合を強める作用を有する。このような界面相の生成は、磁気記録層の靱性を向上させて耐久性を向上させるのに有利である。

#### 【0174】実施例5C

永久磁石により基板に対して垂直方向に平均40 kA/mの磁界を印加した以外は実施例5Bと同様にして4元同時スパッタにより磁気記録層を成膜した。得られた磁気記録層中の粒子の長軸はほぼ膜面に垂直な方向を向いており、垂直磁化膜が得られた。

【0175】次に、実施例5A~5Cの磁気記録層について以下のような実験を行った。ガラスディスクに形成された磁気記録層上に潤滑剤を塗布し、記録・再生を行い、スペクトルアナライザーを用いてノイズレベルの測定を行った。その結果、いずれの磁気記録層でもDC消去後のノイズレベルと信号記録後のノイズレベルはほぼ同じであった。CSS試験によりヘッド-媒体間の摺動特性を評価したところ、保護膜がないにもかかわらず、いずれの磁気記録層でも50万回以上の耐久性が得られた。

【0176】なお、磁性粒子を構成する材料としてPt、Sm、Niなど、非磁性母材を形成する材料としてZr、Ti、Bなど、磁性粒子への添加元素としてT

a、W、Hf、V、In、Si、Bなど、反応性ガスとして窒素、有機ガスを用いた場合にも、実施例5A~5Cと同様な結果が得られた。

#### 【0177】実施例6

##### 実施例6A

ガラスディスク基板、 $\text{CoZrNb}$ ターゲットおよび、 $\text{SmCo}$ とカーボンとからなるモザイクターゲットを、スパッタ装置にセットした。まず、Ar雰囲気中で $\text{CoZrNb}$ ターゲットをスパッタして、基板上に下地層を形成した。次に、 $\text{SmCo}$ -カーボンのモザイクターゲットをスパッタして、50 nm厚さの磁気記録層を形成した。このとき、ターゲットと基板との距離(TS)を200 mmまたは50 mmに設定した。その後、磁気記録層を400℃で2時間アニールした。

【0178】得られた磁気記録層は $\text{SmCo}$ 粒子とカーボン母材とで構成されていた。構造分析の結果、母材はダイヤモンドライクカーボンであることがわかった。磁気記録層を酸に浸し、 $\text{SmCo}$ 粒子のみを選択的に溶解させたところ、母材および下地層の部分のみ元の磁気記録層の形状を保って残存し、母材が磁気記録層の垂直方向および面内方向に連続して存在することが確認された。

【0179】分析TEMを用いて磁気記録層の微細領域の組成分析を行った。TSが50 mmの条件で得られたものは、 $\text{SmCo}$ 粒子の中央部におけるカーボン含有率が10原子%であった。TSが200 mmの条件で得られたものは、 $\text{SmCo}$ 粒子の中央部におけるカーボン含有率が42原子%であった。このように、TSと磁性粒子中央部における母材構成元素の含有率の関係が、実施例4および5の場合と逆転する結果が得られた。これは、アニールによって各元素の拡散が起こったためであると思われる。いずれの条件で得られた磁気記録層でも、カーボン母材の中央部におけるSmおよびCoの含有率は10原子%以下であった。

【0180】これらの磁気記録層の磁気特性を測定したところ、垂直磁気異方性を示した。各々のTSの条件で得られた磁気記録層の保磁力 $H_c$ および飽和磁化 $I_s$ の値は以下の通りであった。

#### 【0181】

TS	$H_c$	$I_s$
50 mm	~100 kA/m	~0.7 Wb/m <sup>2</sup>
200 mm	~220 kA/m	~0.5 Wb/m <sup>2</sup>

次に、TSが200 mmの条件で得られた試料を選択し、以下の実験を行った。磁気記録層をTEM観察し、 $\text{SmCo}$ 粒子の体積充填率を算出したところ、記録層全体にわたって約0.5であった。粒子の平均体積は $4 \times 10^{-25} \text{ m}^3$ であった。磁気記録層の表面観察から求めた面内の粒子平均粒径は3~4 nmであった。この試料を交流消磁したときの平均磁気クラスターサイズは50 nmであった。粒子は回転楕円体の形状であり、長軸/

短軸比は2~5であった。形状磁気異方性は $1.7 \sim 2.6 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ であった。磁気トルク測定から見積もった結晶磁気異方性は $8 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ であった。

#### 【0182】実施例6B

SmCoターゲットの代わりにMnBiターゲットを用いた以外は実施例6Aと同様にして70nm厚さの磁気記録層を形成した。この磁気記録層はMnBi粒子とカーボン母材とで構成されていた。構造分析の結果、母材はダイヤモンドライクカーボンであることがわかった。

【0183】この磁気記録層の磁気特性を測定したところ、垂直磁気異方性を示し、保磁力Hcは約160kA/m、飽和磁化Isは約1Wb/m<sup>2</sup>であった。磁気記録層をTEM観察し、MnBi粒子の体積充填率を算出したところ、記録層全体にわたって一様に約0.65であった。粒子の平均体積は $4 \times 10^{-24} \text{ m}^3$ であった。

【0184】次に、実施例6Aおよび6Bの磁気記録層についてノイズレベルおよび耐久性を試験した。2.5インチ径のガラスディスク上に形成された磁気記録層上に潤滑剤を塗布し、記録・再生を行い、スペクトルアナライザーを用いてノイズレベルを測定した。いずれの磁気記録層でも、DC除去後のノイズレベルと信号記録後のノイズレベルはほぼ同じであった。CSS試験を行ったところ、保護膜がないにもかかわらず、50万回以上の耐久性が得られた。

#### 【0185】実施例7

##### 実施例7A

ガラスディスク基板、CoPt、CrTaおよびSiターゲットを、スパッタ装置にセットした。10%の窒素を含むAr雰囲気中で3元同時バイアスパッタして、基板上に磁気記録層を形成した。このとき、ターゲットと基板との距離(TS)を200mmまたは50mmに設定した。

【0186】得られた磁気記録層は、CoPtCrTa粒子とSi-N母材とで構成されていた。磁気記録層を王水中に浸し、CoPtCrTaのみを選択的に溶解させたところ、母材の部分のみ元の磁気記録層の形状を保って残存し、母材が磁気記録層の垂直方向および面内方向に連続して存在することが確認された。

【0187】分析TEMを用いて磁気記録層の微細領域の組成分析を行った。TSが50mmの条件で得られたものは、CoPtCrTa粒子の中央部におけるSi含有率が10原子%以下、N含有率が30原子%であった。TSが200mmの条件で得られたものは、CoPtCrTa粒子の中央部におけるSi含有率が5原子%以下、N含有率が10原子%であった。いずれの磁気記録層でも、Si-N母材の中央部におけるCoおよびPt含有率は5原子%以下であった。

【0188】これらの磁気記録層の磁気特性を測定したところ、面内磁気異方性を示した。各々のTSの条件で

得られた磁気記録層の保磁力Hcおよび飽和磁化Isの値は以下の通りであった。

#### 【0189】

TS	Hc	Is
50 mm	~200 kA/m	~0.8 Wb/m <sup>2</sup>
200 mm	~80 kA/m	~0.8 Wb/m <sup>2</sup>

次に、TSが50mmの条件で得られた試料について、以下の実験を行った。CoPtCrTaとSi-Nとの界面領域の組成分析を行ったところ、ごく薄いCr相が存在することがわかった。このCr相は、CoPtCrTa粒子とSi-N母材との結合を強める作用を有する。このような界面相の生成は、磁気記録層全体の靱性を向上させて耐久性を向上させるのに有利である。また、Cr界面相は粒子内での組成変調をもたらし、磁気特性、特に保磁力を向上させる作用を示す。

【0190】磁気記録層をTEM観察し、CoPtCrTa粒子の体積充填率を算出したところ、記録層全体にわたって一様に約0.5であった。粒子の平均体積は $10^{-24} \text{ m}^3$ であった。磁気記録層の表面観察から求めた面内の粒子の平均粒径は7~8nmであった。この試料を交流消磁したときの平均磁気クラスターサイズ約100nmであった。粒子は回転楕円体の形状であり、長軸/短軸比は2~5であった。形状磁気異方性は $3.4 \sim 5.1 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ であった。磁気トルク測定から見積もった結晶磁気異方性 $2 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ であった。

【0191】この磁気記録媒体をハードディスクドライブに取り付け、静止状態でヘッドを接触させ、ヘッド内の数箇所とスピンドルとの間の電気抵抗を測定し電気抵抗率に換算した。いずれの測定でも約10Ωcm以上の値が得られた。この磁気記録層は保磁力が200kA/mであり、磁極の飽和磁束密度Bsが0.4Tの記録ヘッドを用いた場合、SNRが小さく、高密度記録ができなかった。Bsが1Tの記録ヘッドを用いた場合、ノイズが減少し、SNRが8dB増加した。

【0192】この磁気記録層の断面構造をTEMを用いて観察したところ、表面に半径2nm、深さ3nm程度の空隙が多数あることが確認された。このような空隙は、直径数オングストローム、長さ数nmの潤滑剤分子が入り込むのに十分な大きさを有する。しかも、潤滑剤塗布の前工程のパニッシング時に、磁性粒子と非磁性母材とで削れ方が異なるために、記録層表面により大きな空隙をより多く形成することができる。

【0193】一方、比較のために作製したCoPtCrTa金属薄膜からなる磁気記録層の表面には、上記のような空隙は非常に少ない。また、パニッシング時に金属薄膜は垂直方向に均一に削れていくため、潤滑剤が入り込む空隙を作ることができない。

【0194】これらの磁気記録層上に潤滑剤を塗布し、ヘッドを接触状態で走行させて耐久性を調べた。その結

果、実施例7Aのものは、CoPtCrTa金属薄膜に比べて優れた耐久性を示した。これは、実施例7Aの磁気記録層では潤滑剤の密着性が向上しているためである。

#### 【0195】実施例7B

磁気記録層の磁気特性を向上させる目的で、CoPt、CrTa、Si-OおよびSiターゲットを用い、10%の窒素を含むAr雰囲気中で4元同時バイアススパッタを行った以外は実施例7Aと同様にして、CoPtCrTa粒子とSi-O-Si-N母材とからなる磁気記録層を作製した。

【0196】この磁気記録層の磁気特性を測定したところ、面内磁気異方性を示し、保磁力H<sub>c</sub>は約220kA/m、飽和磁化I<sub>s</sub>は0.9Wb/m<sup>2</sup>であった。分析TEMを用いて磁気記録層の微細領域の組成分析を行ったところ、CoPtCrTa粒子の中央部において、Si含有率は3原子%以下であったが、N含有率は15原子%、O含有率は25原子%であった。Si-O-Si-N母材の中央部におけるCoおよびPtの含有率は1原子%以下であった。

#### 【0197】実施例8

実施例4Aと同様な磁気記録層を成膜するにあたり、CoPtターゲットおよびSiO<sub>2</sub>ターゲットへの投入電力比を図24に示すように3種の方法で変化させた。Aの方法は投入電力比を正弦波状に周期的に変化させる方法である。Bの方法はSiO<sub>2</sub>への投入電力に対するCoPtへの投入電力の比を徐々に増加させる方法である。Cの方法はSiO<sub>2</sub>への投入電力に対するCoPtへの投入電力の比を徐々に減少させる方法である。

【0198】各方法で得られた磁気記録層を王水中に浸し、CoPtのみを選択的に溶解させたところ、母材の部分のみ元の磁気記録層の形状を保って残存し、母材が磁気記録層の垂直方向および面内方向に連続して存在することが確認された。

【0199】各方法で得られた磁気記録層の断面をTEM観察し垂直方向の粒子の充填率の変化を調べた。また、磁気記録層の密着性などの特性を調べた。

【0200】投入電力比の変化をAのように変化させる方法で得られた磁気記録層は、粘着テープを用いた剥離試験で剥離がほとんど生じなかった。一方、投入電力比を一定にして得られた磁気記録層では、剥離が生じやすかった。この結果は、Aの方法では磁気記録層の内部応力が緩和されることを示している。

【0201】投入電力比をBのように変化させる方法で得られた磁気記録層では、磁気記録層の表面側に向かうにつれてCoPt粒子の充填率が大きくなった。この磁気記録層では、粘着テープによる剥離試験で剥離が全く生じなかった。

【0202】投入電力比をCのように変化させる方法で得られた磁気記録層では、磁気記録層の表面側に向かう

につれてCoPt粒子の充填率が小さくなった。磁気記録層の表面にプローブを接触させて電気抵抗率を測定したところ、投入電力比を一定にして得られた磁気記録層の電気抵抗率の約80%となった。

【0203】ガラスディスク上に磁気記録層を成膜する前に逆スパッタを行うと、磁気記録層の密着性が向上することが認められた。例えば、投入電力比を一定にして得られた磁気記録層でも、剥離試験による剥離率が低下し、保磁力は160kA/mから200kA/mへ増加した。これらの効果は、スパッタエッチング処理の際に、Arイオンがガラスディスクに照射されることにより基板表面の粗さが変化するとともに、基板表面の浮遊酸素が消失したことによるものである。同様な効果は、スパッタエッチング処理以外の表面改質法、例えば、中性子線照射やイオンプレーティングによっても得られる。

【0204】次に、上記の3種の方法で形成された磁気記録層についてノイズレベルおよび耐久性を調べた。

2. 5インチ径のガラスディスク上に形成された磁気記録層上に潤滑剤を塗布し、記録・再生を行い、スペクトルアナライザーを用いてノイズレベルの測定を行った。その結果、いずれの磁気記録層でもDC除去後のノイズレベルと信号記録後のノイズレベルはほぼ同じであった。CSS試験によりヘッド-媒体間の摺動特性を調べたところ、保護膜がないにもかかわらず、50万回以上の耐久性が得られた。

#### 【0205】実施例9

##### 実施例9A

ガラスディスク基板、Co<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>ターゲットおよびSiO<sub>2</sub>ターゲットをスパッタ装置にセットした。ガラスディスクを自公転させながら、Co<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>ターゲットとSiO<sub>2</sub>ターゲットをRF同時スパッタして、基板上に厚さ20nmの磁気記録層を形成した。このディスクを、希硝酸に30秒間浸漬した後、乾燥窒素ブローして乾燥した。

##### 【0206】実施例9B

ガラスディスク基板、Co<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>ターゲットおよびSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ターゲットをスパッタ装置にセットした。ガラスディスクを自公転させながら、Co<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>ターゲットとSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ターゲットをRF同時スパッタし、基板上に厚さ20nmの磁気記録層を形成した。このディスクを、5Nの過酸化水素水に30秒間浸漬した後、高速回転することにより乾燥した。

##### 【0207】実施例9C

Siディスク基板、Co<sub>90</sub>Pt<sub>10</sub>とAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>とからなるモザイクターゲットをスパッタ装置にセットした。Siディスクをターゲットの直上に対向させて静止させた状態でターゲットをRFスパッタして、基板上に厚さ20nmに磁気記録層を形成した。このディスクの表面を中性洗剤で洗浄した後、オゾンガスブローして乾燥し

た。

#### 【0208】比較例9D

ガラスディスク基板、 $\text{Co}_{90}\text{Pt}_{10}$ ターゲット、 $\text{SiO}_2$ ターゲットおよびカーボンターゲットをスパッタ装置にセットした。ガラスディスクを自公転させながら、 $\text{Co}_{90}\text{Pt}_{10}$ ターゲットと $\text{SiO}_2$ ターゲットをRF同時スパッタして、基板上に厚さ20nmの磁気記録層を形成した。次に、カーボンターゲットをDCスパッタして厚さ10nmの保護膜を形成した。このディスクの表面を中性洗剤で洗浄した。

#### 【0209】比較例9E

ガラスディスク基板、 $\text{Co}_{90}\text{Pt}_{10}$ ターゲットおよび $\text{SiO}_2$ ターゲットをスパッタ装置にセットした。ガラスディスクを自公転させながら、 $\text{Co}_{90}\text{Pt}_{10}$ ターゲットと $\text{SiO}_2$ ターゲットをRF同時スパッタして、基板上に厚さ20nmの磁気記録層を形成した。このディスクの表面を中性洗剤で洗浄した。

#### 【0210】比較例9F

ガラスディスク基板、 $\text{Co}_{90}\text{Pt}_{10}$ ターゲットおよび $\text{SiO}_2$ ターゲットをスパッタ装置にセットした。ガラスディスクを自公転させながら、 $\text{Co}_{90}\text{Pt}_{10}$ ターゲット\*

\*と $\text{SiO}_2$ ターゲットをRF同時スパッタして、基板上に厚さ20nmの磁気記録層を形成した。このディスクの表面を中性洗剤で洗浄した後、200℃窒素雰囲気中で30分間熱処理した。

【0211】まず、得られた各磁気記録層の表面のOH濃度をX線電子分光装置(XPS)により測定した。具体的には、表面から2nm程度の深さまでのO-H結合数をカウントし、単位面積当たりのO-H結合の個数を計算した。

10 【0212】各磁気記録層に潤滑剤を塗布した後、ディスクをハードディスクドライブに取り付けた。10nm以上の浮上量が可能なヘッドを用い、ヘッドの浮上量を徐々に下げながらディスクの半径の全域にわたって移動させ、AEセンサーで衝突を確認することにより、突起の高さを測定した。VSMにより静磁気特性を調べた。薄膜ヘッドを用いて記録・再生を行い、記録分解能 $D_7$ を示す記録密度における媒体S/Nm比を調べた。これらの結果を表3に示す。

#### 【0213】

【表3】

	OH濃度 [atm/cm <sup>2</sup> ]	突起の高さ [nm]	Hc [kOe]	Mrt [memu/cm <sup>2</sup> ]	S*	S/Nm [dB]
9A	$5.8 \times 10^{-13}$	10	2.3	0.73	0.7	45
9B	$3.6 \times 10^{-13}$	10	2.1	0.87	0.7	43
9C	$4.8 \times 10^{-13}$	10	2.1	0.80	0.6	44
9D	$9.0 \times 10^{-13}$	15	2.1	0.85	0.6	26
9E	$6.0 \times 10^{-14}$	1000	2.1	0.83	0.7	20
9F	$6.2 \times 10^{-13}$	10	1.5	0.52	0.5	19

【0214】突起の高さは、実施例9A～9Cおよび比較例9Fでは10nm以下、比較例Dでは約15nmであったが、比較例9Eでは約1μmであった。比較例9Eでは表面のOH濃度が高いため、潤滑剤を均一に塗布できずに高い突起が生じると考えられる。比較例9FはOH基を取り除くために熱処理を施したため、静磁気特性が劣化し、これに伴ってS/Nm比も劣化した。比較例9Dはカーボン保護膜のために、ヘッド-媒体スペーシングが大きく、S/Nm比が劣化している。これに対して、実施例9A～9Cは熱処理を施すことなく、酸処理またはオゾン処理により磁気記録層表面のOH基を減少させているので、良好な静磁気特性およびS/Nm比が得られた。また、比較例9Eでは、測定後にヘッドのスライダ面を観察したところ、潤滑剤とみられる汚れが付着していた。他の試料では、ヘッドのスライダ面に汚れの付着は認められなかった。

#### 【0215】

【発明の効果】以上詳述したように本発明によれば、分散型磁気記録媒体を備えた、極めて低ノイズの磁気記録装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の磁気記録装置を示す概略図。

【図2】本発明の磁気記録媒体の断面図。

【図3】本発明の磁気記録媒体の断面図。

【図4】本発明の磁気記録媒体の断面図。

【図5】本発明の磁気記録媒体の断面図。

【図6】本発明の磁気記録媒体の断面図。

【図7】本発明の磁気記録媒体の断面TEM像を示す図。

【図8】本発明の磁気記録媒体の平面TEM像を示す図。

40 【図9】本発明の磁気記録媒体の平面TEM像を示す図。

【図10】本発明の磁気記録媒体の断面図。

【図11】本発明の磁気記録媒体の断面図。

【図12】本発明の磁気記録媒体の平面TEM像を示す図。

【図13】図12の線分A上の組成分布を示す図。

【図14】本発明の磁気記録媒体の平面TEM像を示す図。

【図15】図14の線分B上の組成分布を示す図。

50 【図16】本発明の磁気記録媒体の非磁性母材中央部の

Co量と交換相互作用の減衰量との関係を示す図。

【図17】本発明の磁気記録媒体の磁性粒子中央部のSi量およびO量と異方性磁界との関係を示す図。

【図18】本発明の磁気記録媒体の保磁力と磁化転移幅との関係、記録ヘッドの磁極の飽和磁束密度をパラメータとして示す図。

【図19】本発明の実施例2Aにおける磁気記録媒体のオーバーライトスペクトル図。

【図20】本発明の実施例3Aの磁気記録媒体の断面TEM像を示す図。

【図21】本発明の実施例3Aの磁気記録媒体のオーバーライトスペクトル図。

【図22】本発明の実施例3Bの磁気記録媒体について、島状の磁性粒子の側面と基板面とのなす角 $\phi$ と磁化転移性ノイズとの関係を示す図。

【図23】本発明の実施例3Cの磁気記録媒体の断面TEM像を示す図。

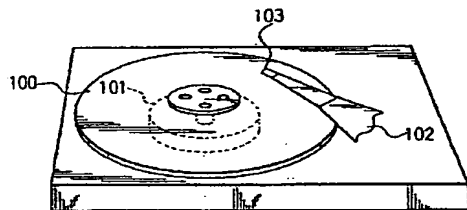
\*

\*【図24】本発明の実施例8の磁気記録層を成膜する際の、CoPtターゲットおよびSiO<sub>2</sub>ターゲットへの投入電力比の変化の仕方を説明する図。

【符号の説明】

- 1…基板
- 2…磁気記録層
- 21…非磁性母材
- 22…磁性粒子
- 22a…島状の磁性粒子
- 22b…偏平な磁性粒子
- 23…界面相
- 3…下地層
- 100…磁気ディスク
- 101…スピンドルモータ
- 102…アーム
- 103…磁気ヘッド

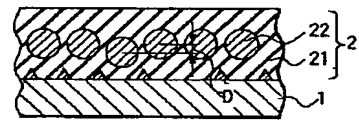
【図1】



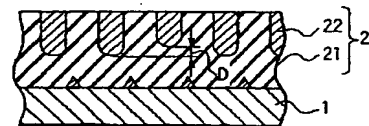
【図2】



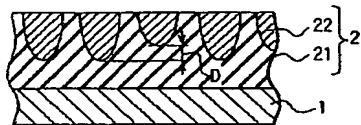
【図3】



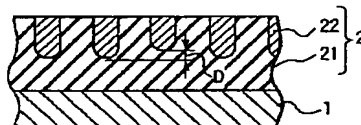
【図6】



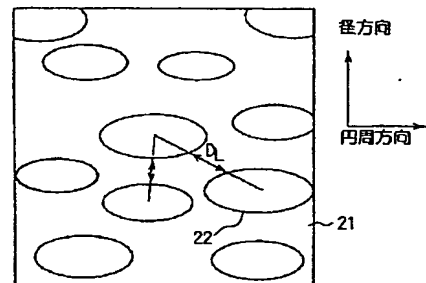
【図4】



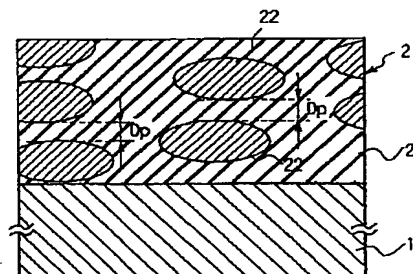
【図5】



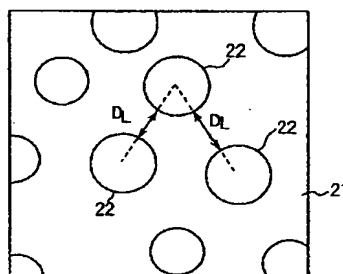
【図9】



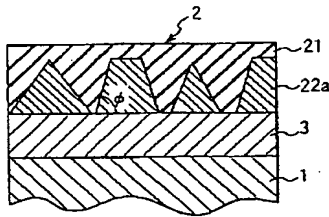
【図7】



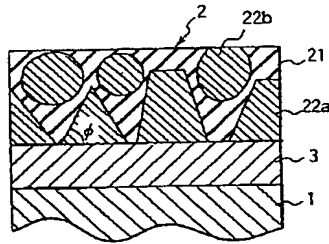
【図8】



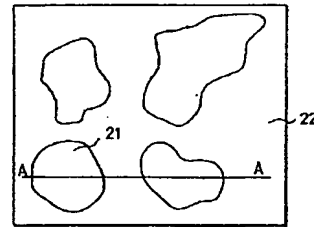
【図10】



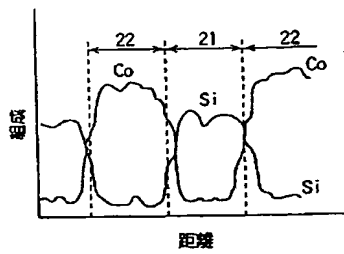
【図11】



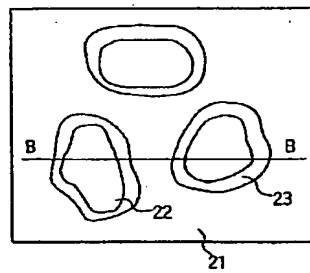
【図12】



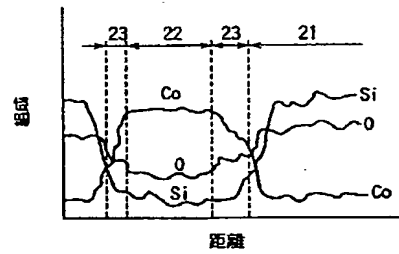
【図13】



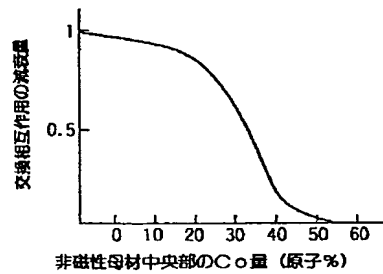
【図14】



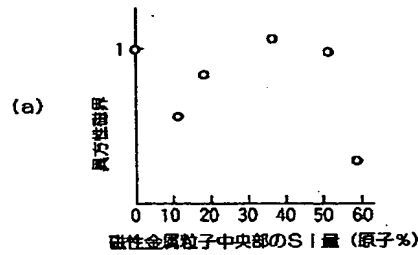
【図15】



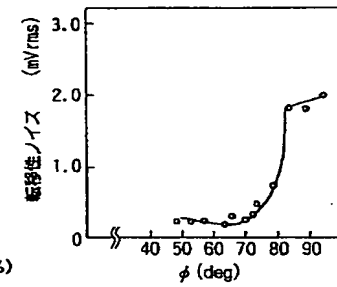
【図16】



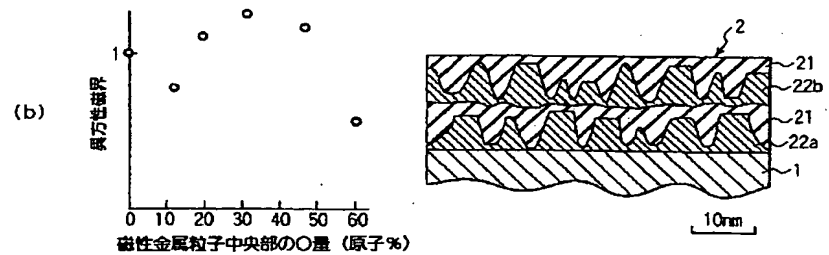
【図17】



【図22】

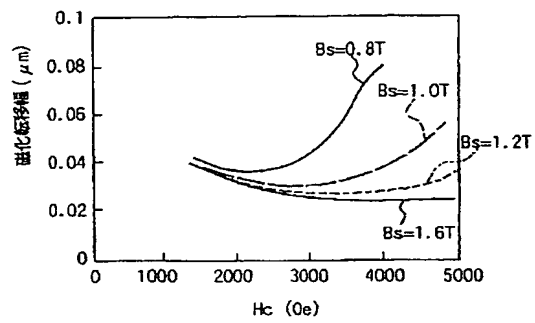


【図23】

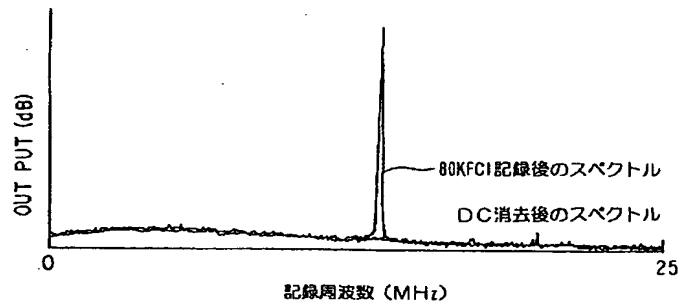




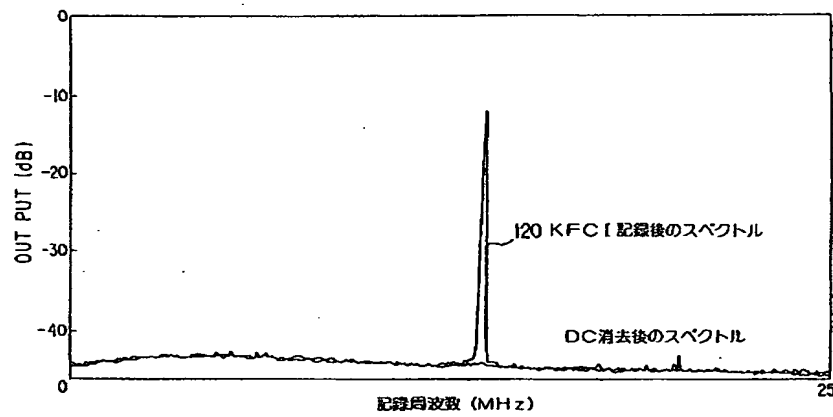
【図18】



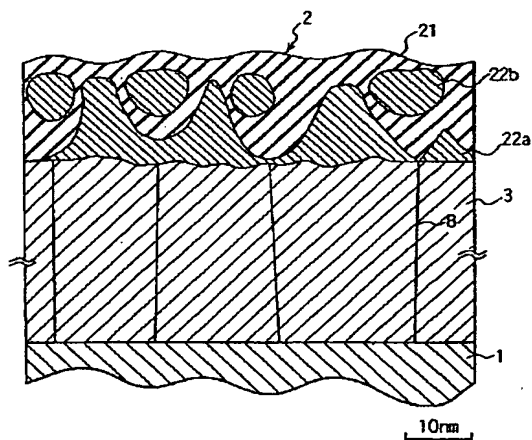
【図21】



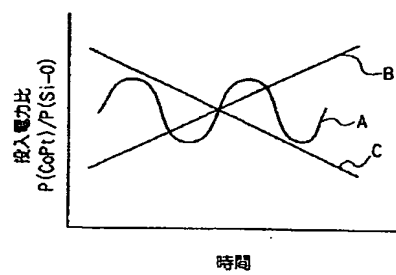
【図19】



【図20】



【図24】



## フロントページの続き

(31)優先権主張番号 特願平8-234269  
(32)優先日 平8(1996)9月4日  
(33)優先権主張国 日本(JP)

(72)発明者 荻原 英夫  
神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株  
式会社東芝研究開発センター内  
(72)発明者 中村 太  
神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株  
式会社東芝研究開発センター内

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
 【部門区分】第6部門第4区分  
 【発行日】平成13年12月14日(2001.12.14)

【公開番号】特開平10-134333  
 【公開日】平成10年5月22日(1998.5.22)  
 【年通号数】公開特許公報10-1344  
 【出願番号】特願平9-196863  
 【国際特許分類第7版】

G11B 5/66

H01F 10/16

【F1】

G11B 5/66

H01F 10/16

【手続補正書】

【提出日】平成13年5月30日(2001.5.30)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、前記磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、前記磁性粒子は、前記非磁性母材の一部によって基板から隔てられ、前記基板の主面に対して平行な実質的に1つの層を形成していることを特徴とする磁気記録装置。

【請求項2】 前記磁性粒子が前記非磁性母材中に埋設されていることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項3】 前記磁性粒子の上部が前記磁気記録層の表面に露出していることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項4】 前記磁性粒子の平均粒径が10nm以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項5】 前記磁性粒子は、垂直方向の平均粒径が水平方向の平均粒径よりも大きいことを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項6】 前記磁性粒子の垂直方向の変位または磁性粒子下端の高低差が4nm以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項7】 前記磁性粒子が、Co、Pt、Sm、Fe、Ni、Cr、Mn、BiおよびAlからなる群より選択される金属を含む合金からなることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項8】 前記非磁性母材が、一般式M-Gで表される材料からなり、MはSi、Al、Zr、Ti、Ta、In、Sn、GeおよびBからなる群より選択される少なくとも1種、Gは酸素、窒素および炭素からなる群より選択される少なくとも1種であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項9】 前記非磁性母材が、カーボン、ホウ素およびゲルマニウムからなる群より選択されることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項10】 前記磁性粒子間の前記非磁性母材の中央部における磁性元素の含有率が20原子%以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項11】 前記磁気記録層の表面のOH基の濃度が $4 \times 10^{11}$  atoms/cm<sup>2</sup>以下であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項12】 前記磁気情報を再生する手段が磁気抵抗効果素子を含むことを特徴とする請求項1記載の磁気記録装置。

【請求項13】 基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、前記磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、前記磁性粒子は膜面に沿って偏平な形状を有し、隣接する磁性粒子間の交換相互作用が、垂直方向に比べて面内方向で小さいことを特徴とする磁気記録装置。

【請求項14】 前記隣接する磁性粒子間の間隔が、垂直方向で2nm未満、面内方向で2~15nmであることを特徴とする請求項13記載の磁気記録装置。

【請求項15】 前記磁性粒子の短軸/長軸の長さの比が0.3~0.9であることを特徴とする請求項13記載の磁気記録装置。

【請求項16】 前記磁性粒子の短軸/長軸の長さの比が0.3~0.5であることを特徴とする請求項15記

載の磁気記録装置。

【請求項17】 基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、前記磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、前記磁性粒子が島状の磁性粒子を含み、その側面と基板面とのなす角が平均値で $75^{\circ}$ 以下であることを特徴とする磁気記録装置。

【請求項18】 前記島状の磁性粒子の側面と基板面とのなす角が $45^{\circ} \sim 70^{\circ}$ であることを特徴とする請求項17記載の磁気記録装置。

【請求項19】 前記島状の磁性粒子が、前記基板上に形成された下地層に接触して成長していることを特徴とする請求項17記載の磁気記録装置。

【請求項20】 前記下地層が、Cr、V、Ti、Pt、Pd、IrおよびZnOからなる群より選択される材料からなることを特徴とする請求項19記載の磁気記録装置。

【請求項21】 前記磁気記録層を構成する磁性金属粒子が、前記島状の磁性粒子とともに、前記非磁性母材により前記島状の磁性粒子から分離された偏平な形状の磁性粒子を含むことを特徴とする請求項17記載の磁気記録装置。

【請求項22】 前記偏平な形状の磁性粒子は、面内方向の直径が $5 \sim 10 \text{ nm}$ であることを特徴とする請求項21記載の磁気記録装置。

【請求項23】 基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、前記磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、前記磁気記録層の厚さは $40 \text{ nm}$ 以下であり、前記磁性粒子の平均粒径は $10 \text{ nm}$ 以下であり、前記磁性粒子は、前記非磁性母材の一部によって基板から隔てられ、前記基板の主面に対して平行な実質的に1つの層を形成しており、前記磁性粒子の上部が前記磁気記録層の表面から露出していることを特徴とする磁気記録装置。

【請求項24】 基板と、基板上に形成され、磁性粒子が非磁性母材中に分散された構造を有する磁気記録層とを有する磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体に磁気情報を記録する手段と、前記磁気記録媒体から磁気情報を再生する手段とを具備し、前記磁性粒子が円錐状または円錐台状の磁性粒子を含み、その側面と基板面とのなす角が平均値で $75^{\circ}$ 以下であることを特徴とする磁気記録装置。